



UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
CAMPUS DE CURITIBA
DEPARTAMENTO DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
E DE MATERIAIS - PPGEM

SILVIANE CAROLINE FIORANI

EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA NA
DUREZA E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO
AÇO INOXIDÁVEL CIRÚRGICO ASTM 420F

CURITIBA

JANEIRO – 2012

SILVIANE CAROLINE FIORANI

**EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA NA
DUREZA E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO
AÇO INOXIDÁVEL CIRÚRGICO ASTM 420F**

Dissertação apresentado como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Área de Concentração em Engenharia de Materiais, do Departamento de Pesquisa e Pós-Graduação, do Campus de Curitiba, da UTFPR.

Orientador: Prof. Paulo Borges, Dr.

Co-orientador: Prof. Ricardo Fernando dos Reis, Dr.

CURITIBA

JANEIRO – 2012

TERMO DE APROVAÇÃO

SILVIANE CAROLINE FIORANI

EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA NA DUREZA E NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO AÇO INOXIDÁVEL CIRÚRGICO ASTM 420F

Esta Dissertação foi julgada para a obtenção do título de mestre em engenharia, área de concentração em Engenharia de Materiais, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais.

Prof. Giuseppe Pintaúde, Dr.
Coordenador de Curso

Banca Examinadora

Orientador:

Prof. Paulo Cesar Borges, Ph.D.
(UTFPR)

Prof. Giuseppe Pintaúde, Ph.D.
(UTFPR)

Co-orientador:

Prof. Ricardo Reis, Dr.
(UTFPR)

Prof. Rodrigo Perito Cardoso, Ph.D.
(UFPR)

Curitiba, 30 de Janeiro de 2012

*“Este trabalho de pesquisa é dedicado ao
avanço das tecnologias de superfícies
metálicas em escala industrial”*

AGRADECIMENTOS

As pessoas que acompanharam essa minha jornada de elaboração da dissertação até o fechamento, sabem o desafio que foi concluir. Esse desafio foi superado graças aos imensos esforços, tanto da minha parte quanto das pessoas, que acreditaram em mim, me apoiaram, tiveram paciência, etc. Por isso, peço que aceitem meu humilde e sincero muito obrigado!

Iniciando pela minha família, que é enorme, mas alguns nomes em especial, tenho que citar, como: minha mãe, Sílvia, avós Roselis, Josafat e Maria, irmãos Julia e Richard, tias Adriana, Ariane e Susana. E aos demais, como, primos, primas, tios, tias e meu pai, que mesmo não podendo acompanhar de perto, sei que torceram para que eu conseguisse concluir esse trabalho e superar mais esse desafio.

Ao meu orientador Paulo Borges, um agradecimento muito especial, pois me orientou, me ensinou, teve muita paciência e o mais importante, acreditou em mim e me deu força do início até a conclusão final do trabalho. E ao Ricardo Reis, co-orientador, pelos tempos dedicados em todas as revisões que foram necessárias.

Aos meus amigos, namorado e colegas de trabalho, que me ajudaram com os pensamentos positivos, palavras de motivação e incentivo, compreensão por muitas vezes ouvir “hoje não posso”. Também me ajudaram nos desenhos das peças, dispositivos e entre outras necessidades para que fosse possível a entrega do trabalho. Essas pessoas não mediram esforços e sempre estavam prontos a me ajudarem: Tatiane, Fabiana, Camila, Alexandre, Julianne, Lisandra, Dra. Carolina, Marcelo, Willian, Alexander, Laiz e sua equipe do LIM, Silvio e sua equipe da Ferramentaria, toda a minha equipe de trabalho do setor tratamento de superfície, Sabrina (UTFPR) e Lethicia (UTFPR).

A indústria Neodent, por disponibilizar a maioria dos recursos necessários à realização do trabalho. Agradecimento especial ao Dr. Geninho Thomé, a Gislene do TH e Almir (Gerente Industrial), que acreditam na aplicação deste trabalho na indústria.

Em especial também ao Milton Lima, da IEA, que também não mediu esforços para nos ajudar na realização e interpretação dos ensaios de DRX.

Finalizo com um agradecimento a Deus, sem Ele nos nossos corações e mente, nada seria possível.

RESUMO

Os aços inoxidáveis martensíticos são amplamente utilizados em aplicações biomédicas devido a sua excelente resistência a corrosão e boas propriedades mecânicas. Entretanto, em aplicações como brocas para a implantodontia, seu desempenho é insatisfatório. Nesta aplicação usualmente utiliza-se de revestimentos como DLC para melhorar a resistência a corrosão, a resistência ao desgaste, bem como, diminuir o coeficiente de atrito broca-osso. Diversos trabalhos na literatura mostram que a nitretação a baixas temperaturas produz camadas superficiais de alta dureza e alta resistência à corrosão. Sabe-se também que o aumento da dureza do substrato melhora o suporte para a adesão do revestimento como o DLC. Estes tratamentos são conhecidos como duplex. Neste trabalho estudou-se o efeito da nitretação a baixa temperatura na resistência à corrosão e dureza de aços inoxidáveis martensíticos do tipo ASTM 420F, bem como, a influência na dureza e resistência à corrosão do tratamento duplex nitretação e DLC. Foram escolhidos cinco parâmetros de nitretação a baixa temperatura, em tempos diferentes para avaliar o comportamento na dureza e resistência à corrosão. O parâmetro que teve o melhor desempenho, atingindo maior dureza e proporcionando uma melhor resistência à corrosão entre os demais, foi a 380°C por 6 horas. Nessa condição, a dureza média de topo foi de 894 HV (1Kgf) e não apresentou corrosão na camada nitretada com revestimento DLC. Pode-se esperar que aplicado essas condições em uma broca cirúrgica, dentro de sua condição de procedimentos cirúrgicos, o desgaste da ferramenta seja menor, uma vez que a sua superfície tem maior dureza do que usualmente comercializada, e mantendo sua resistência à corrosão em ambientes agressivos em que são expostas.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis; Nitretação por plasma; Resistência à corrosão, instrumentais cirúrgicos.

ABSTRACT

Martensitic stainless steels are used in biomedical applications because of their excellent corrosion resistance and good mechanical properties. However, in applications such as drills for implant their performance has been unsatisfactory. This application is usually used how DLC coatings to improve corrosion resistance, wear resistance and to decrease the coefficient of drill bone friction. Several studies in the literature show that nitriding at low temperatures produce surface layers of high hardness and high resistance to corrosion. It is also known that increasing the hardness of the substrate it improves the adhesion of the coating as DLC. These treatments are known as duplex. In this work were studied the effect of low temperature nitriding on the corrosion resistance and hardness of martensitic stainless steel type ASTM 420F, as well as the influence on the hardness and corrosion resistance of nitriding and DLC duplex treatment. Five parameters of nitriding at low temperature, at different times to evaluate the behavior in the hardness and corrosion resistance were chosen. The parameter that had the best performance providing a higher hardness and better corrosion resistance was at 380°C for 6 hours. The average hardness of the drill top was 894 HV (1 Kgf) and not showed corrosion in duplex layer. It can be expected to apply these conditions in a surgical drill, in the tool wear will be less, since the surface has a higher hardness than usually marketed and the drill maintained the resistance to corrosion in aggressive environment that they are exposit.

Keywords: Stainless steels, plasma nitriding, corrosion resistance, surgical instruments.

SUMÁRIO

RESUMO.....	vi
ABSTRACT.....	vii
LISTA DE FIGURAS.....	x
LISTA DE TABELAS.....	xiii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	xvi
LISTA DE SÍMBOLOS.....	xvii
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Histórico de Implantodontia.....	1
1.2 Caracterização do Problema.....	3
1.3 Proposta do estudo.....	6
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	8
2.1 Aços inoxidáveis para aplicações odontológicas.....	8
2.2 Influência dos elementos de liga nos aços inoxidáveis.....	11
2.3 Efeito do nitrogênio nos aços inoxidáveis.....	12
2.4 Métodos de introdução de nitrogênio.....	15
2.4.1 Nitretação por plasma a baixa temperatura.....	18
2.5 Tratamentos duplex.....	23
2.6 Corrosão.....	24
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E TECNICA DE ANÁLISE.....	27
3.1 Delineamento Experimental.....	27
3.2 Experimentos.....	30
3.2.1 Preparação das amostras para a nitretação por plasma.....	30
3.2.2 Nitretação por plasma.....	31
3.3 Material.....	33
3.3.1 Preparação das amostras.....	34
3.4 Técnicas experimentais.....	38
3.4.1 Metalografia.....	38
3.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	41
3.4.3 Dureza.....	41
3.4.4 Difração de raio-x.....	42
3.4.5 Resistência à Corrosão.....	43
3.4.5.1 Umidade Saturada.....	43
3.4.5.2 Névoa Salina.....	44

4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1	Caracterização das amostras após a nitretação.....	46
4.2	Efeito da temperatura de nitretação na dureza do material.....	57
4.3	Avaliação da resistência à corrosão do material.....	60
5	CONCLUSÕES.....	73
5.1	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS.....	74
	REFERÊNCIAS.....	75

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Modelos de Brocas (NEODENT, 2008).....	3
Figura 2 - Classificação de Qualidade óssea (Lekholm & Zarb APUD Padovan <i>et al</i> , 2008)	4
Figura 3 - (a) blank torneado, (b) blank temperado e (c) broca retificada e polida	5
Figura 4 - (a) broca com revestimento DLC e (b) broca com revestimento de nitreto de titânio (NEODENT,2008).....	5
Figura 5 - Diagrama Fe-N (adaptado de ASM Handbook, <i>vol.3</i> ,1992).....	14
Figura 6 - Possíveis interações dos íons sobre uma superfície (adaptado de ASM HANDBOOK, <i>vol. 5</i> , 1994)	17
Figura 7 - Perfil de dureza Knoop do AISI 316 L nitretado a 410°C (GIL, 2006)	19
Figura 8 - Ensaio de Polarização Potenciodinâmica em solução de NaCl (GIL, 2006)	20
Figura 9 - Análise de difração de raio-x (DRX) comparando os parâmetros utilizado no trabalho de KIM <i>et al</i> , 2003	21
Figura 10 - Análise de difração de raio-x (DRX) da amostra que teve melhor comportamento sob os ensaios realizados no trabalho de XI <i>et al</i> , 2008)	22
Figura 11 - Análise de Polarização Cíclica do aço AISI 420, após nitretação por plasma a 350°C, 550°C e sem tratamento (XI <i>et al</i> , 2008)	23
Figura 12 - Parâmetros de nitretação por plasma.....	28
Figura 13 - Fluxograma: Metodologia utilizada no estudo.....	29
Figura 14 - Representação esquemática do reator de plasma (adaptado de REIS, 2007).....	32
Figura 15 - (a) Microestrutura do aço inoxidável ASTM 420F, no estado de fornecimento e (b) Microestrutura do aço inoxidável ASTM 420F, no estado padrão, após tempera e revenimento. Ataque Beraha's.	33
Figura 16 - Desenho ilustrativo das dimensões das brocas: 3.3 x 35 mm	35
Figura 17 - Desenho ilustrativo da identificação das amostras para a realização dos	

ensaios garantindo a rastreabilidade.....	37
Figura 18 - Ilustração da região de medição de dureza de topo.....	41
Figura 19 - Ilustração das indentações necessárias para as medições da Dureza em Knoop (HK) para cada condição de nitretação.....	42
Figura 20 - Análise de MEV demonstrando a microestrutura do aço ASTM 420F em uma das condições de nitretação em que foi submetido. E a composição química, revelado por EDS, nas regiões (a) camada e (b) substrato.....	47
Figura 21 - Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 1A. Espessura da camada nitretada de: 10 μm de profundidade.....	49
Figura 22 - Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 1B. Espessura da camada nitretada de: 12 μm de profundidade.....	49
Figura 23: Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 2. Espessura da camada nitretada de: 8 μm de profundidade.....	50
Figura 24 - Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 3A. Espessura da camada nitretada de: 13 μm de profundidade.....	50
Figura 25 - Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 3B. Espessura da camada nitretada de: 15 μm de profundidade.....	51
Figura 26 - Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição não nitretada, ou seja, a condição da amostra padrão.....	52
Figura 27 - Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 1A.	53
Figura 28 - Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 1B.	53
Figura 29 - Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 2.	54
Figura 30 - Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 3A	54
Figura 31 - Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 3B	55

Figura 32 - Difractogramas obtidos por análise em ângulo rasante do aço ASTM 420F nas condições Padrão, 1A, 1B, 2, 3A e 3B56

Figura 33 - Perfil de Dureza (HK) do aço ASTM 420F após as nitretações em comparação com o padrão temperado e revenido.....59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química típica dos aços inoxidáveis ASTM 440C, 420B e 420F (ASTM F899, 2009).....	10
Tabela 2 - Parâmetros para a limpeza por <i>sputtering</i>	31
Tabela 3 - Parâmetros para o processo de nitretação por plasma.....	31
Tabela 4 - Composição química do aço ASTM 420F utilizado	33
Tabela 5 - Ensaios realizados e amostras utilizadas, para cada temperatura e tempo do processo de nitretação por plasma (parâmetros na Figura 12).....	35
Tabela 6 - Parâmetros de embutimento	38
Tabela 7 - Parâmetros de lixamento	39
Tabela 8 - Parâmetros para polimento	40
Tabela 9 - Resumo dos critérios de corrosão.....	44
Tabela 10 - Critérios para avaliação das inspeções após ensaios de resistência à corrosão do material 420F sob as diferentes condições de nitretação.	45
Tabela 11 - Composição química do Nitrogênio e Cromo.....	48
Tabela 12 - Comparação de durezas de topo. Condições nitretadas vs padrão (sem nitretação)	57
Tabela 13 - Dureza de topo do tratamento duplex	58
Tabela 14 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 1A com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio.....	61
Tabela 15 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 1B com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio.....	61
Tabela 16 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio	62
Tabela 17 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 3A com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio.....	62

Tabela 18 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 3B com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio.....	63
Tabela 19 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 1A com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio.....	63
Tabela 20 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 1B com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio.....	64
Tabela 21 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio	64
Tabela 22 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 3A com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio.....	65
Tabela 23 - Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 3B com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio.....	65
Tabela 24: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 1B com suas variações, após 24 horas de ensaio.....	66
Tabela 25: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 24 horas de ensaio.....	67
Tabela 26: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 3A com suas variações, após 24 horas de ensaio.....	67
Tabela 27: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 1B com suas variações, após 48 horas de ensaio.....	68
Tabela 28: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 48 horas de ensaio.....	68
Tabela 29: Classificação da resistência à corrosão dos resultados obtidos a partir das inspeções realizadas no ensaio de Umidade Saturada, 100% a 40°C.....	69
Tabela 30: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 2 horas de ensaio.....	71
Tabela 31: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 4 e 8 horas de ensaio.....	71
Tabela 32: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 24 horas de ensaio.....	72

Tabela 33: Classificação da resistência à corrosão dos resultados obtidos a partir das inspeções realizadas no ensaio de Nevoa Salina.....72

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DLC -	Diamond like carbon
TiN -	Nitreto de Titânio
MO -	Microscopia Óptica
MEV -	Microscopia Eletrônica de Varredura
DRX -	Difração de Raio-X
HRC -	Dureza Rockwell C
PREN -	Pitting resistance Equivalent Number
CCC -	Estrutura cúbica de corpo centrado
HC -	Estrutura hexagonal compacta
EDS -	Espectroscopia de Energia Dispersiva de raio-x
HV -	Dureza Vickers
HK -	Dureza Knoop
LACTEC -	Instituto de tecnologia para o desenvolvimento
RC -	Resistência à Corrosão
HTGN -	High temperature of gás nitriding
SHTPN -	Solution high temperature of plasma nitration

LISTA DE SÍMBOLOS

TiN	Nitreto de titânio
Cr ₂ O ₃ -	Óxido de cromo
Fe-N -	Ferro-Nitrogênio
γ' Fe ₄ N / ϵ -Fe ₂₋₃ N / ζ - Fe ₂ N -	Nitretos de Ferro
NH ₃ -	Amônia
SiC -	Carboneto de silício
CrN -	Nitreto de Cromo
γ_N -	Austenita expandida
α_N -	Martensita expandida
CN _x -	Nitreto de cromo x
pH -	Potencial de Hidrogênio
NaCl -	Cloreto de Sódio

Capítulo 1:

INTRODUÇÃO

Neste capítulo descrevem-se a importância e os objetivos para realização deste trabalho.

1 INTRODUÇÃO

1.1 Histórico da implantodontia:

A implantodontia é a especialidade dentro da área de odontologia que visa à reabilitação oral através de próteses suportadas por implantes dentários ósseo-integrados.

O professor Branemark, médico ortopedista, pesquisador e um dos principais descobridores da osseo-integração, publicou o primeiro trabalho sobre técnica cirúrgica, em 1977, e foi ele quem trouxe para o Brasil a implantodontia e apostou no país para o crescimento dessa área em termos de tecnologia, pesquisa e desenvolvimento. Desde então, estão sendo disponibilizados estudos de aprimoramento das técnicas, bem como, sendo realizadas relevantes modificações dos métodos cirúrgicos (THOME *et al*, 2009; BRANEMARK *et al*, 1977).

Uma dificuldade encontrada no início da implantodontia no Brasil foi no processo de importação, além dos elevados custos dos implantes. Este fato proporcionou o aumento da procura por produtos e equipamentos na área, e com isso surgiram às indústrias metalúrgicas dedicadas à produção de materiais para a área biomédica no País (LONGO, 2006).

Hoje, a realidade nacional está bem mais favorável. Números recentes indicam que entre as cinco marcas mais importantes do segmento, apenas uma é multinacional, demonstrando o avanço e a força das empresas nacionais. Por exemplo: as três indústrias nacionais em destaque, Neodent, SIN e Conexão, correspondem a 62,5% do mercado, ao contrário de 10 anos atrás, onde as multinacionais dominavam o mercado em 70% (ROSSI, 2011).

A relevância no investimento em implantodontia, comprova-se pela demanda de produtos que estão sendo disponibilizados aos profissionais da área no mercado. Atualmente, mais de 50 fabricantes de implantes e componentes odontológicos, disponibilizam anualmente mais de 800.000 implantes dentários e 2.400.000 componentes e instrumentais cirúrgicos, gerando em torno de R\$ 500 milhões só em produtos e equipamentos proporcionados ao segmento (RIBEIRO, 2010; ABIMO, 2010; ROSSI, 2011).

Portanto, pode-se constatar a importância da implantodontia, não só, como uma forte alternativa de reabilitação oral, mas como a melhor opção do mercado odontológico para esse fim. Conforme dados estimados no fechamento de 2010, atualmente conta-se com aproximadamente 5.000 especialistas, cerca de 2.000.000 de implantes implantados e 1.600.000 de próteses reabilitadas (ROSSI, 2011).

Para o profissional de odontologia, é importante a especialização em implantodontia e atualização das técnicas, pois a especialização proporciona o aprimoramento e conhecimento aos cirurgiões-dentistas: das técnicas cirúrgicas tanto tradicionais como novas; utilização da instrumentação cirúrgica adequada; rotação ideal do instrumental; reconhecimento da densidade óssea do paciente, planejamento cirúrgico; identificação do torque apropriado para cada aplicação; cuidado com a perfuração da cavidade óssea, e importância da irrigação para evitar o aquecimento broca-osso.

1.2 Caracterização do problema:

Na implantodontia os instrumentais cirúrgicos são um conjunto de ferramentas necessárias para a preparação cirúrgica, desde perfurações das cavidades até a aplicação de torques necessários para fixação de implantes dentários. Dentre eles pode-se citar chaves, conexões torque e brocas. A figura 01 ilustra alguns modelos de brocas utilizadas para essa finalidade.



Figura 01: Modelos de Brocas (NEODENT, 2008).

As brocas da figura 01 são os instrumentais de interesse desse trabalho, e são utilizadas para a preparação cirúrgica de perfuração óssea, possibilitando a posterior inserção do implante adequado ao paciente. Para a utilização desses instrumentais perfurantes é necessário conhecer a classificação óssea existente.

Lekholme & Zarb (1985) APUD Padovan *et al* (2008) classificaram em quatro, os tipos de ossos conforme suas densidades. O osso do tipo I é considerado o mais cortical, ou seja, tem alta densidade, o do tipo II também é cortical, porém sua densidade é menor que a do tipo I, os ossos tipo III e IV são medulares, sendo o IV o mais medular (ver Figura 02). Os corticais são mais resistentes às cargas, necessitando de mais esforços no momento da perfuração, como consequência provocam um maior aquecimento, no osso, que os medulares.

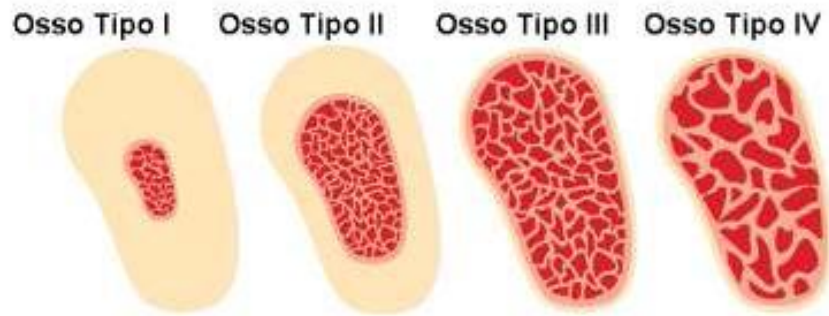


Figura 02: Classificação de Qualidade Óssea (Lekholm & Zarb (1985) APUD Padovan *et al*, 2008).

Em uma cirurgia de reabilitação oral, o profissional da área deve se preocupar com os fatores que levam ao aquecimento, broca-osso, durante a perfuração óssea, bem como ter o conhecimento da densidade óssea de cada paciente (figura 02). Incluindo a utilização da rotação adequada para cada tipo e diâmetro de implante, manter uma boa irrigação com água destilada, durante a perfuração, tanto da broca quanto do implante, e adequar a pressão durante a perfuração. Todos esses cuidados e preocupações evitam a perda óssea (GOLIN, 2005).

Diante do conhecimento da aplicação, as principais propriedades requeridas dos materiais cirúrgicos, como às brocas, são: elevada biocompatibilidade para evitar intoxicações, elevada resistência ao desgaste do material para permitir a reutilização da broca sem alterações nas condições de corte, baixo coeficiente de atrito para minimizar o aquecimento durante a perfuração, dureza e tenacidade adequadas para minimizar o desgaste e impedir quebras das brocas durante a perfuração e finalmente uma boa resistência à corrosão para resistir aos ambientes agressivos, como sangue e umidade.

Conforme a norma ASTM F899 (2009) das famílias dos aços inoxidáveis de instrumentação cirúrgica, os mais indicados para essa aplicação são os aços inoxidáveis martensíticos, posto que suas propriedades mecânicas, a resistência ao desgaste e a resistência à corrosão, são as mais adequadas. As indústrias metalúrgicas desse segmento vêm estudando os aços inoxidáveis, e as tecnologias de fabricação, de modo a adequar o processo de fabricação dos

materiais que tenham suas propriedades com a máxima compatibilidade com a aplicação e biocompatibilidade com o corpo humano.

As brocas disponíveis no mercado são fabricadas a partir do torneamento, tratamento térmico, retífica e polimento. A figura 03 ilustra essas principais etapas.



Figura 03: (a) blank torneado; (b) blank temperado; (c) broca retificada e polida

Há poucos anos foi adicionado às brocas um revestimento para melhorar a sua superfície, com relação à resistência ao desgaste e a resistência à corrosão. Dentre os revestimentos para esse segmento, incluem-se revestimentos de TiN e DLC (WC/C). Golin (2005) estudou e comprovou os benefícios dessas superfícies aplicadas às brocas cirúrgicas para a área odontológica (GOLIN, 2005). A figura 04 ilustra dois exemplos de brocas revestidas.



Figura 04: (a) broca com revestimento DLC; (b) broca com revestimento de nitreto de titânio (NEODENT, 2008).

Mesmo com o avanço do processo e utilização de materiais adequados, as brocas, ao fim de 20 utilizações, ou seja, 20 inserções de implantes, apresentam desgaste do gume de corte da broca, aumentando o atrito com o osso, bem como apresenta indícios de corrosão devido ao contato sucessivo com líquidos corrosivos e umidade, precisando ser substituídas (NEODENT, 2009).

1.3 Proposta do estudo:

No trabalho proposto, buscou-se estudar a nitretação por plasma em baixa temperatura para melhorar as propriedades superficiais dos aços inoxidáveis martensíticos. Sabe-se que revestimentos de DLC melhoram as propriedades de resistência à corrosão e dureza, além de possibilitar a diminuição do atrito broca-osso, porém existem outros fatores, como deslocamentos dos revestimentos que podem ocorrer e não o tornam tão eficientes.

Com o emprego do tratamento duplex (nitretação e DLC) pode-se, tanto melhorar as propriedades mecânicas do material, quanto evitar ou diminuir o deslocamento do revestimento (RECCO, 2008; GOLIN, 2005).

Estudos comprovam que o processo de nitretação em baixa temperatura permite a formação de uma fase chamada austenita ou martensita expandida, tornando os materiais mais resistentes ao desgaste e a corrosão, e que sendo parte de um tratamento duplex melhoram inclusive a adesão de revestimentos como TiN e DLC (DOBRZANSKI *et al*, 2005; CAETANO *et al*, 2004; SHORT, 2008; GONTIJO *et al*, 2006; RECCO, 2008).

Além dos benefícios aos materiais, as tecnologias utilizadas para os tratamentos duplex, são consideradas tecnologias avançadas, pois tem baixo custo e visam à sustentabilidade, uma vez que o processo não despande recursos não-renováveis e/ou prejudiciais ao meio ambiente, como: desperdício de água e utilização de produtos químicos corrosivos (SCHEUER, 2011).

No presente estudo, brocas em aço inoxidável martensítico 420F, foram produzidas e submetidas ao tratamento térmico de nitretação por plasma, em temperaturas de 370, 380 e 390°C. As metodologias de ensaios utilizadas para as caracterizações e análise do desempenho do processo, foram: Metalografia, microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração

de raio-x (DRX), ensaios de névoa salina e umidade saturada, apenas este último simula um ambiente agressivo que se aproxima do ambiente real de aplicação do instrumental, ou seja, do ambiente clínico (ASTM B117, 2009 e ASTM D2247, 2002).

O objetivo geral do trabalho é:

Determinar o efeito da nitretação em baixa temperatura na resistência à corrosão e dureza do aço inoxidável cirúrgico ASTM 420F.

Além do objetivo principal, podem ser descritos os objetivos específicos:

- Analisar o efeito da temperatura de nitretação na resistência à corrosão do aço inoxidável cirúrgico ASTM 420F, com e sem revestimento DLC;
- Avaliar o efeito do tempo e da temperatura de nitretação na dureza e na resistência à corrosão do aço inoxidável cirúrgico ASTM 420F;
- Correlacionar à microestrutura do aço inoxidável cirúrgico ASTM 420F sem tratamento e nitretado a baixa temperatura.

Capítulo 2:

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços inoxidáveis para aplicações odontológicas:

Os aços inoxidáveis destacam-se entre outros aços, não só devido à presença de cromo na sua composição, que promove alta resistência à corrosão e à oxidação, mas também pela concentração e balanceamento adequado dos outros elementos químicos, tornando-os excelentes materiais para fabricação das brocas e outros instrumentais focados na utilização para a reabilitação oral.

Boa resistência à corrosão em meios moderadamente ácidos é uma característica dos aços inoxidáveis. Isto se deve ao filme passivo existente de Cr_2O_3 . Este filme é impermeável, aderente, resistente e mais estável do que apenas o material base, ou substrato (HANDBOOK, 1992).

Os primeiros filmes passivos são formados quando o teor de Cr atinge 10,5% em massa e a proteção aumenta com o aumento desta porcentagem. Apesar da boa resistência à corrosão generalizada, os aços inoxidáveis são suscetíveis à corrosão

localizada, por pite ou por frestas. Principalmente, quando estão presentes precipitados a base de cromo, o que diminuindo o teor de cromo efetivo na matriz do aço e desta forma, torna a película protetora mais instável (HANDBOOK, 1992).

Os aços inoxidáveis martensíticos, quando temperados, apresentam estrutura martensítica, o que difere este aço dos demais. Em comparação com os aços carbono, ao acrescentar elementos de liga como exemplo, Cr, Ni e Mo podem apresentar fase martensita em combinação com apenas 0,15% de C, em massa. A sua estrutura martensita é caracterizada por apresentar alta dureza (dependente do teor de C), resistência ao desgaste, boa resistência à fratura e tem resistência à corrosão (CHIAVERINI, 2003; HANDBOOK, 1992).

Devido às suas propriedades, os aços inoxidáveis martensíticos são ideais para utilizar em brocas no ramo odontológico, e comumente são empregados na fabricação de instrumentais cirúrgicos e ferramentas dentro do segmento. Segundo a norma ASTM F899, destacam-se as opções: ASTM 420, utilizados na fabricação de ferramentas, instrumentais e utensílios em geral, e ASTM 440C, Utilizado na fabricação de Brocas de alta dureza, machos e bisturis (ASTM F899, 2009).

Os aços da classe martensítica, apresentam matriz ferrita, são austenitizados a alta temperatura e temperados. A austenitização é geralmente em temperaturas entre 950°C a 1050°C. A transformação alotrópica é típica dessa classe de aços, uma vez que a matriz ferrita, deve ser transformada em austenita, para solubilização do carbono, para dissolver os carbonetos de cromo, e na sequência, após têmpera, forma-se a microestrutura martensítica (GOLIN, 2005; LIPPOLD, 2005).

A resistência à corrosão desses materiais é requerida após têmpera seguida de revenimento, para obter juntamente com a alta resistência à corrosão, uma boa resistência mecânica, ductilidade e tenacidade. O revenimento é praticado a temperaturas que dependem da dureza final desejada. Geralmente para aços de médio e baixo carbono (420B, 420F e 440C), as temperaturas de revenido estão entre 149°C à 427°C e os tempos usualmente de uma hora (CHIAVERINI, 2003; CARPENTER, 1986; ASTM F899, 2009).

A composição química dos aços inoxidáveis mais comuns para aplicações odontológicas, ASTM 440C, 420B e 420F (ASTM F899, 2009) é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química típica dos aços inoxidáveis ASTM 440C, 420B e 420F (ASTM F899, 2009).

Elementos (% massa)								
Liga	C	Mn (Max)	P	Si (Max)	Cr	Ni (Max)	Mo	S (Max)
440C	0,95-1,2	1,00	0,04	1,00	16-18	-	0,75	0,03
420B	0,26-0,35	1,00	0,04	1,00	12-14	1,00	0,54	0,03
420F	0,30-0,40	1,25	0,06	1,00	12,5-14	0,50	-	0,20-0,34

Para esse estudo foi escolhido o aço inoxidável martensítico ASTM 420F, pois dentre os materiais dispostos, apresenta as vantagens a seguir:

- 1) Sua porcentagem de carbono não ser tão alta quanto do 440C e um pouco maior que 420B, possibilitando atingir alta dureza sem perder a eficiência na resistência à corrosão.
- 2) Porcentagem de cromo adequada, mantendo a propriedade requerida de resistência a corrosão do material.
- 3) Atinge durezas em torno de 49 a 52 HRC, sendo essas durezas as aprovadas e usuais nas indústrias metalúrgicas do segmento odontológico.
- 4) Possibilidade de introduzir nitrogênio na superfície, mantendo a dureza do núcleo, melhorando a dureza superficial (de topo), sem prejudicar a resistência à corrosão.

2.2 Influência dos elementos de liga nos aços inoxidáveis.

Os elementos de liga são adicionados aos aços inoxidáveis para melhorar as suas propriedades, principalmente melhorar a resistência à corrosão e à oxidação, usinabilidade, dureza e resistência ao desgaste.

A seguir são destacadas algumas vantagens que o material pode ter com a presença de cada um dos elementos de liga selecionados abaixo:

O Cromo, elemento químico principal, é responsável pela formação da camada protetora, ou seja, camada passiva do material, representando porcentagens de 10,5% até 30%, em massa.

O Níquel é um importante elemento para a estabilização da fase austenita e aumenta a resistência à corrosão.

O Manganês melhora a usinabilidade e ductilidade do material e tem grande efeito favorável na temperabilidade dos aços.

O molibdênio, combinado com o cromo, tem ação estabilizadora da camada protetora, principalmente na presença de cloretos.

A combinação desses elementos com a porcentagem de Carbono preexistente no material deve ser balanceada, uma vez que quanto maior o teor de C, maior será a resistência mecânica e dureza, em contrapartida, aumenta a tendência à precipitação de carbonetos de cromo, podendo dificultar a usinabilidade e diminuir a resistência à corrosão. (PANOSSIAN, 1993; HANDBOOK, 1992).

Dentre os elementos de liga e seus benefícios, destacam-se os elementos Molibdênio, Cromo e Nitrogênio para o aumento na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis. (HANDBOOK, 1992).

O benefício do nitrogênio, em específico, para a corrosão, é que com a sua presença nos aços inoxidáveis ha tendência de formação de nitretos, com isso, evita o empobrecimento de cromo e seus precipitados, que deixam o material susceptível a corrosão (SEDRIS, 1996).

Uma vez analisado e testado os efeitos benéficos do Mo, Cr e N, pode se utilizar parâmetro PREN, *Pitting Resistance Equivalent Number*, para estimar

qualitativamente, a resistência à corrosão, por parte desses materiais, conforme a Eq. 1 (HANDBOOK, 2003; SEDRIKS, 1996):

$$PREN = 3,3 \times \%Mo + \%Cr + X \times \%N \quad (1)$$

O valor de X pode variar de 12,8 a 30%, em massa, de nitrogênio, podendo considerar que:

$X = 20$ - para aços inoxidáveis sem níquel.

$X = 16$ - para aços inoxidáveis em geral.

Aços inoxidáveis contendo tungstênio (W) podem ser relacionados à equação (1), da seguinte forma: $3,3(Mo + 0,5W)$. Portanto pode ser estimado o valor de PREN para o aço inoxidável fornecido para esse estudo, o aço inoxidável martensítico 420F, cuja composição química foi baseada na Tabela 1, resultando em 12,5 o valor de PREN. A avaliação do parâmetro PREN (Eq. 1) permite supor que, com a introdução de nitrogênio em solução sólida, através da nitretação por plasma a baixas temperaturas (sem formação de precipitados de nitretos de cromo), o aço apresente melhores resultados nos ensaios de resistência à corrosão em comparação com o material sem tratamento.

2.3 Efeito do nitrogênio nos aços inoxidáveis.

O efeito benéfico que o nitrogênio proporciona ao material depende da composição química do mesmo, pois se sabe que a solubilidade do nitrogênio aumenta nos aços inoxidáveis com o aumento do teor de cromo, e deste modo, resulta em melhorias nas suas propriedades mecânicas somado ao forte efeito endurecedor por solução sólida do nitrogênio (SIMMONS, 1996).

Estudos, por exemplo, de Gavriljuk & Berns (1999), Gavriljuk *et al* (2006) e Gavriljuk *et al* (2008) comprovam os benefícios da introdução de nitrogênio aos aços inoxidáveis. Relatam que o nitrogênio aumenta o caráter de interação metálica dos átomos em suas ligações atômicas, devido ao aumento do potencial de interação entre eles, leva a uma distribuição plana das discordâncias, formando camadas homogêneas, estáveis e possivelmente livre de precipitados. Isto resulta em aumento da resistência à corrosão e resistência ao desgaste desses aços (GAVRILJUK & BERNS, 1999; GAVRILJUK, 2006; GAVRILJUK, 2008).

O nitrogênio é utilizado como elemento de liga, tanto para os aços inoxidáveis austeníticos quanto para os martensíticos, para melhorar a resistência mecânica; a dureza, a tenacidade, a resistência ao desgaste e a resistência à corrosão. (GAVRILJUK, 2006; GAVRILJUK, 2008).

Verifica-se, na literatura pesquisada, que mais estudos comprovam os benefícios do nitrogênio nos aços inoxidáveis austeníticos, devido à maior solubilidade deste elemento na fase austenítica, do que estudos de aplicação de nitrogênio nos aços inoxidáveis martensíticos. No entanto, recentemente começaram a surgir trabalhos publicados de investigação dos benefícios para os aços martensíticos, especialmente para a classe AISI 420 (KIM, *et al*, 2003; XI *et al*, 2008).

Na nitretação por plasma do ferro, empregando uma atmosfera de nitrogênio ou uma mistura de nitrogênio com hidrogênio são formadas as camadas de compostos com as composições ilustradas no diagrama de fases Fe-N (Figura 05). Nessas camadas, podem formar nitretos do tipo γ' -Fe₄N, ϵ -Fe₂₋₃N e também pode aparecer uma camada com estas duas fases, dependendo das condições do processo de introdução de nitrogênio (EDENHOFER, 1974; MALISKA, 1995; ITAL, 2008).

A análise deste diagrama Fe-N (figura 05) auxilia na compreensão dos campos de transformações das fases que podem ocorrer na camada nitretada à medida que o teor de nitrogênio é aumentado.

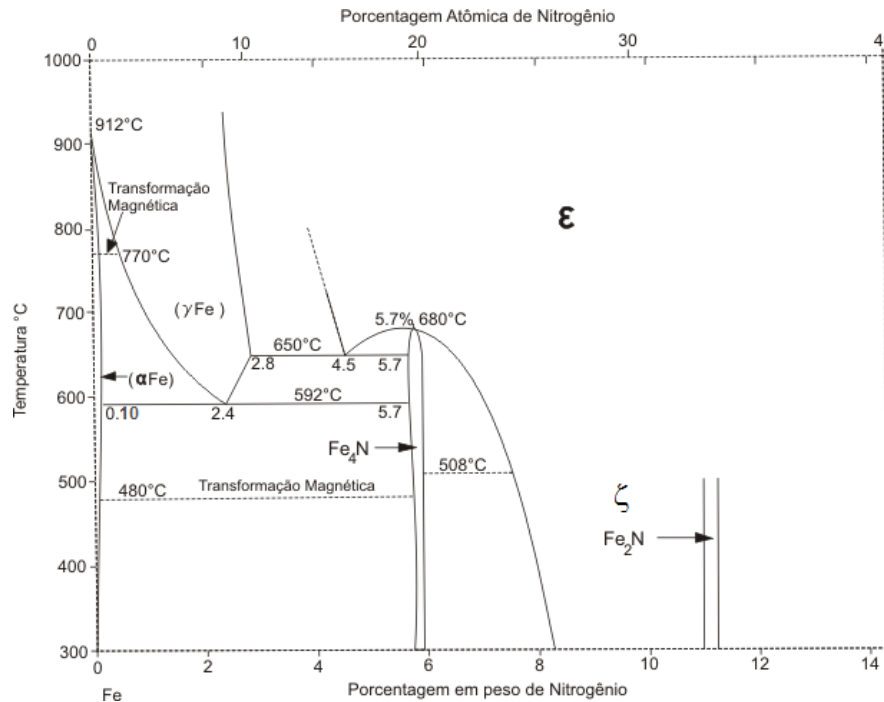


Figura 05: Diagrama Fe-N (adaptado de ASM HANDBOOK, vol.3, 1992).

O nitrogênio é solúvel em 592°C até 0,1%, em massa, na fase α , a partir dessa faixa, começa a formar nitretos. Nas porcentagens de nitrogênio entre 5,7% a 5,9%, tem-se o primeiro nitreto formado, o Fe_4N , fase γ' , cujo reticulado cristalino é CFC. Com o aumento de nitrogênio, acima de 7%, aparecem os nitretos do tipo ϵ - Fe_{2-3}N , para a temperatura de 592°C. A fase ϵ , apresenta estrutura HC. Nas porcentagens de nitrogênio entre 11%, em massa, ocorre a formação da fase ζ - Fe_2N .

O nitrogênio pode estar presente nos aços inoxidáveis na forma de precipitados como nitretos ou carbonitretos, ou em solução sólida como elemento intersticial. Este elemento químico pode ser adicionado às ligas de Fe-Cr através de diferentes processos metalúrgicos, tais como, fusão a alta pressão, nitretação gasosa, nitretação líquida, implantação iônica, nitretação por plasma, nitretação gasosa a alta temperatura - HTGN, metalurgia do pó e *Solution heat treatment of plasma nitrided* - SHTPN (GAVRILJUK *et al*, 1999; EDENHOFER, 1974; SUNG, 2008; BORGES *et al*, 2010; REIS *et al*, 2010).

2.4 Métodos de introdução de nitrogênio

A seguir são descritos os processos usuais empregados nas indústrias, para a introdução de nitrogênio nos aços. Nesses métodos, por consequência de seus parâmetros, ocorre mais facilmente à formação de precipitados e/ou compostos:

➤ Nitretação gasosa: Consiste na introdução do nitrogênio na superfície do material utilizando uma atmosfera rica em Nitrogênio. As temperaturas deste processo estão na faixa de 500 a 570°C. A nitretação é realizada em atmosfera de amônia (NH₃), e esta, ao entrar em contato com a superfície aquecida do aço, se dissocia liberando nitrogênio e hidrogênio, conforme a reação abaixo (Eq. 2):



No instante da dissociação, o nitrogênio na forma atômica pode ser absorvido pelo aço formando a camada superficial enriquecida de nitrogênio (MALISKA, 1995).

➤ Nitretação líquida: trata-se de um processo mais recente que o gasoso e com as vantagens de proporcionar as superfícies: mais resistência ao desgaste, alto limite de fadiga, elevada resistência à corrosão atmosférica e em um tempo de processo mais curto. Apesar de ser uma técnica importante, devido á utilização de produtos tóxicos é extremamente poluente (CHIAVERINI, 2003).

A faixa de temperatura recomendada é de 500°C a 575°C. Utiliza-se esse processo para obter camadas nitretadas mais profundas. A solução ou banho comercial típico para a nitretação líquida é constituído de uma mistura de sais de sódio (60 a 70%) e potássio (30 a 40%) (CHIAVERINI, 2003).

Existe nitretação líquida sob pressão, utilizando um ciclo de 24hs de adição de amônia anidra em um banho de cianeto e nitretação líquida em banho arejado, que produz uma camada de nitrogênio de 0,30 mm espessura em um aço carbono comum ou baixa liga. (CHIAVERINI, 2003).

➤ Implantação iônica: Processo que consiste em um método em que íons de nitrogênio são impulsionados em direção à superfície metálica e permanecem em seu reticulado como átomos intersticiais (CHIAVERINI, 2003).

➤ Nitretação por plasma: Trata-se de um processo de endurecimento superficial de natureza físico-química, no qual o nitrogênio se combina com o ferro e outros

elementos de liga dos aços. O processo envolve o impacto de átomos de nitrogênio na superfície dos aços (CHIAVERINI, 2003).

Algumas vantagens da nitretação por plasma são destacadas por Alves (2003) e Chaverini (2008), dentre elas, pode se citar: possibilidade de endurecimento somente nas áreas desejadas, obtenção de superfícies sem necessidade de acabamentos posteriores, processo de excelente repetibilidade, atmosfera ausente de resíduos poluentes ou tóxicos e custo de processamento baixo.

Para realização do processo de nitretação a plasma, é necessário um sistema de vácuo capaz de atingir em torno de 10^{-2} Torr de pressão, válvulas de controle de vazão dos gases, fonte de potência com saída d.c, voltagem máxima de 1500 V, capaz de fornecer energia à peça necessária para a introdução do nitrogênio desejado (ALVES, 2003).

O processo de nitretação por plasma é baseado no bombardeamento de íons, onde os átomos e/ou partículas de um gás, ou combinações de gases, em baixa pressão, são ionizados e acelerados sobre uma superfície metálica para se ter interação entre as partículas e obter uma superfície nitretada. O processo de transferência de energia, induzido por baixa pressão, alta tensão, temperatura e utilizando gases como nitrogênio, hidrogênio, oxigênio e hidrocarbonetos, desencadeiam reações químicas e movimentações de elétrons e íons (ASM HANDBOOK, 1994).

As transformações que ocorrem quando há o bombardeamento de elétrons ou *sputtering* sobre uma amostra, podem se resumir em: íons primários, elétrons secundários, partículas retro-espalhados, mudanças na topografia, liberação do gás, modificação das propriedades da superfície entre outros, ilustrados na figura 06.

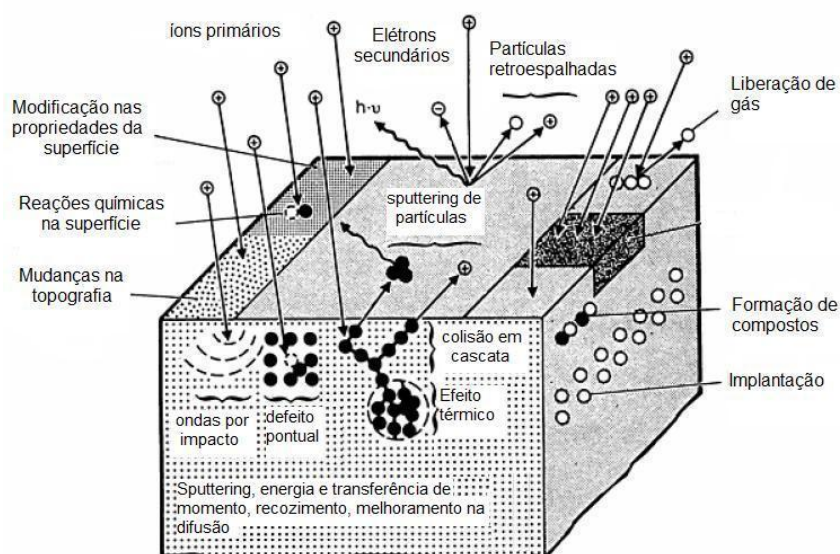


Figura 06: Possíveis interações dos íons sobre uma superfície (adaptado de ASM HANDBOOK, vol.5, 1994)

A excitação de alguns gases, como O_2 , N_2 , He , NH_3 , ou a combinação de alguns deles, durante o processo de ionização, liberam energia e fótons provocados pela recombinação dos gases e inicia-se a emissão de uma luz levemente azul. Essa emissão de luz provocada pela energia de ionização é chamada de descarga luminescente. Esse fenômeno caracteriza o plasma, e esta liberação de energia é suficientemente forte para quebrar qualquer molécula de contaminante presente na amostra (ASM HANDBOOK, 1994).

A combinação de atmosfera gasosa em um plasma pode ser constituída de uma mistura gasosa N_2 e H_2 podendo utilizar uma pressão entre 1 a 20 Torr, e é importante definir a proporção da mistura gasosa. A presença de H_2 , além de atuar na redução de impurezas na superfície das amostras, tem influência positiva na difusão da camada nitretada. Quanto maior a porcentagem de H_2 , maior será a camada de difusão, em comparação com as camadas obtidas apenas com o N_2 puro, em contrapartida, se aumentar consideravelmente o N_2 , pode se ter a presença de precipitados e/ou compostos que prejudicam a resistência à corrosão do material (REIS, 2007).

Existem os métodos de nitretação líquida, gasosa, íon implantação e nitretação iônica, que, apesar de proporcionarem aumento de dureza e melhoria na resistência

ao desgaste dos aços, quando há formação de precipitados e/ou compostos que depreciam a resistência à corrosão.

Em contra partida, existem os métodos para a introdução de nitrogênio em solução sólida, que buscam evitar a formação dos compostos ou precipitados, e além de terem feito endurecedor dos aços, melhoram a sua resistência à corrosão. Segue a descrição desses métodos:

- Fusão sob alta pressão: utiliza fornos de custo elevado para manter uma alta pressão parcial de nitrogênio possibilitando uma maior solubilidade desse elemento no metal líquido (GRAJALES, 2001);
- Metalurgia do pó: o nitrogênio é incorporado às partículas de pó em um processo térmico (aquecendo em atmosfera rica em nitrogênio) ou mecânico (moagem de alta energia) (GRAJALES, 2001);
- Nitretação gasosa a alta temperatura - HTGN: Um processo mais recente para introdução de nitrogênio por solução sólida, pode ser aplicado em aços inoxidáveis austeníticos, martensíticos, ferrítico-austeníticos e martensítico-ferríticos.

Este processo resulta no enriquecimento superficial de nitrogênio através do tratamento termoquímico em temperaturas elevadas (geralmente entre 1000 e 1200°C) e atmosfera gasosa rica em N₂. Por meio deste tratamento é possível obter camadas com profundidade de 0,5 a 2 mm de espessura, com alto nível de tensões residuais compressivas e elevado teor de nitrogênio (TSCHIPTSCHIN E GARZÓN, 2005).

A temperatura tem efeito decisivo na morfologia e estrutura das camadas de nitretação, principalmente com relação à estabilidade química e coeficientes de difusão, visto que o coeficiente de difusão aumenta com a temperatura.

Dentre todos esses métodos possíveis de incorporação de nitrogênio nos aços inoxidáveis, o método escolhido para a realização desse estudo, foi a nitretação por plasma a baixa temperatura, segue detalhamento na seção 2.4.1.

2.4.1 Nitretação por Plasma a baixa temperatura

Gil *et al* (2006) estudaram a nitretação a plasma a baixa temperatura, em superfícies de aços inoxidáveis 316 L, utilizados para fabricação de implantes

ortopédicos, com a finalidade de melhorar a dureza e a resistência ao desgaste. A preparação das amostras, antes da nitretação, foi da seguinte maneira: Cortadas em discos com 60 mm de diâmetro, polidas com lixas de SiC e submetidas a técnica de *sputtering* (2 horas em atmosfera de 60% Ar e 40% H₂). A nitretação foi realizada nas seguintes condições: Temperatura de 410°C por 8 horas; Atmosfera com 75% H₂ + 25% N₂; Pressão de 6,5kPa (4,8 Torr); Tensão: 680V; e Corrente: 1mA/cm².

Gil *et al* (2006) não obtiveram um resultado tão significativo com relação a resistência à corrosão, em comparação com o material sem tratamento, pois ocorreu a presença de CrN na matriz de austenita expandida (γ_N), sensibilizando a área à corrosão por pites. Em contrapartida, devido à presença desse precipitado, houve o aumento de dureza superficial desejada. As figuras 07 e 08 representam os resultados de dureza e resistência à corrosão, respectivamente.

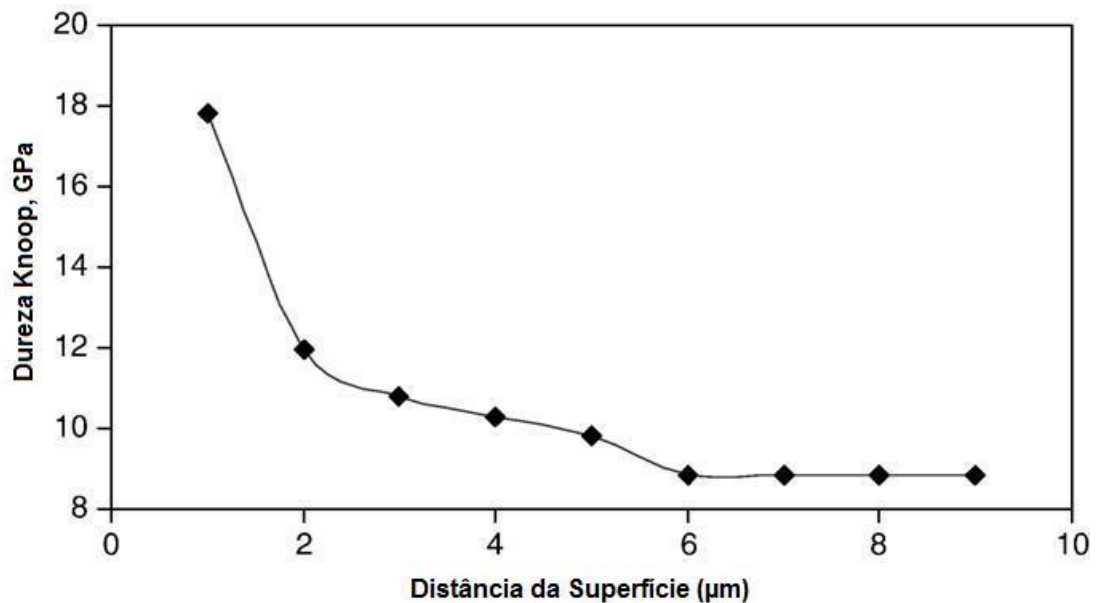


Figura 07: Perfil de dureza knoop do AISI 316L nitretado em 410°C (GIL, 2006).

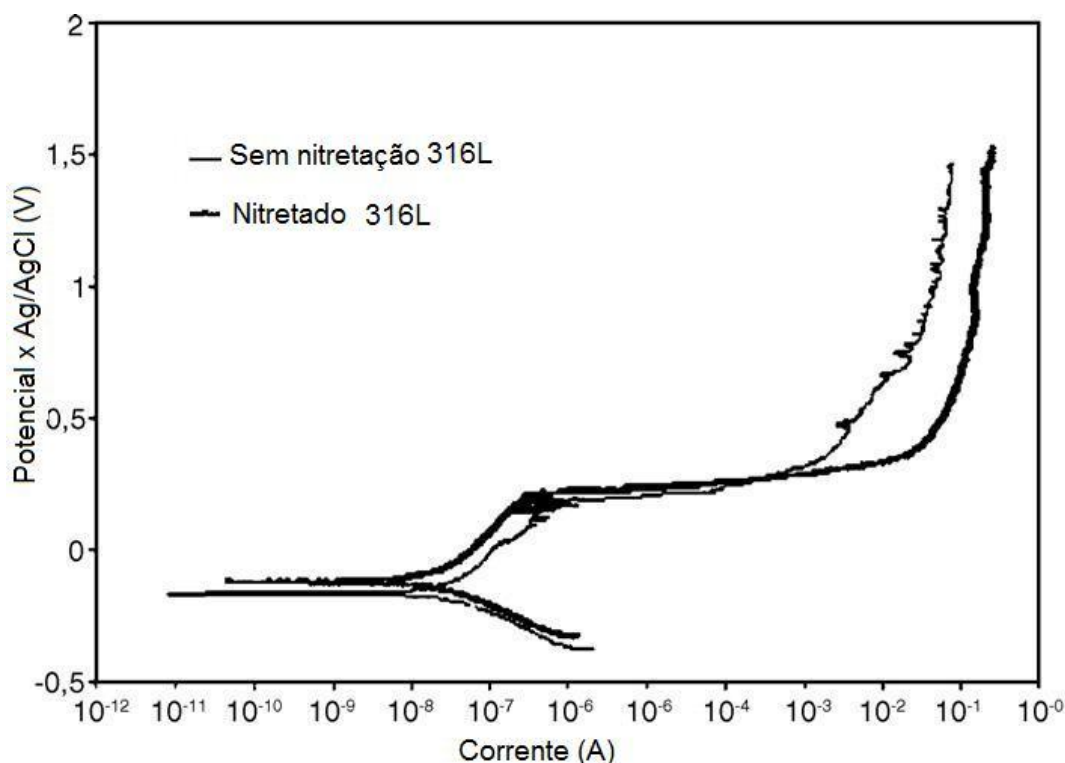


Figura 08: Ensaio de polarização potenciodinâmica em solução de NaCl (GIL *et al*,2006).

O potencial de corrosão do não nitretado foi de $E_{cor} = -1,65$ V, este potencial, no aço nitretado, teve um leve deslocamento positivo, resultando em um $E_{co} = -1,24$ V. Este resultado do comportamento sob corrosão não trouxe os benefícios esperados de resistência à corrosão do aço AISI 316L. E segundo Gil *et al* (2006), pode não ser interessante utilizar este material, nessas condições, em aplicações biomédicas.

Kim *et al* (2003) estudaram a aplicação da nitretação por plasma a baixa temperatura em aços inoxidáveis martensíticos. Neste trabalho foi evidenciado o aparecimento de martensita expandida, que está ligada à introdução do nitrogênio na superfície através da aplicação do processo em baixa temperatura. As temperaturas utilizadas foram nas faixas de 350 a 500°C e em curtos tempos. A martensita expandida é representada pela apresenta a fase α_N . O surgimento desta fase é devido à transformação da ferrita expandida em martensita que se forma a partir das condições de nitretação a baixa temperatura em curto tempo. Por análise de difração de raios-X (DRX), na condição de temperatura de 350°C, verificaram o pico da martensida em uma posição de 38,5°, revelando o pico da martensita

expandida, α_N . Kim *et al* (2003) supõem que este pico poderia ser um nitreto, CrN, porém confirma que não é esperado este composto em baixas temperaturas (abaixo de 350°C). Estudos posteriores a este, como o de Xi *et al* (2008), disseram que este pico em aproximadamente 38,5° é de uma fase ϵ (Fe_3N). A revelação dos picos referentes à fase CrN apareceram claramente nas temperaturas de 450°C e 500°C, conforme observado na figura 09.

Com relação à dureza superficial, tem-se um destaque para o aço com camada de 20 μm de espessura, após nitretação a 400°C por 4 horas. A dureza superficial foi 4,3 vezes maior que a do aço sem tratamento (KIM *et al*, 2003).

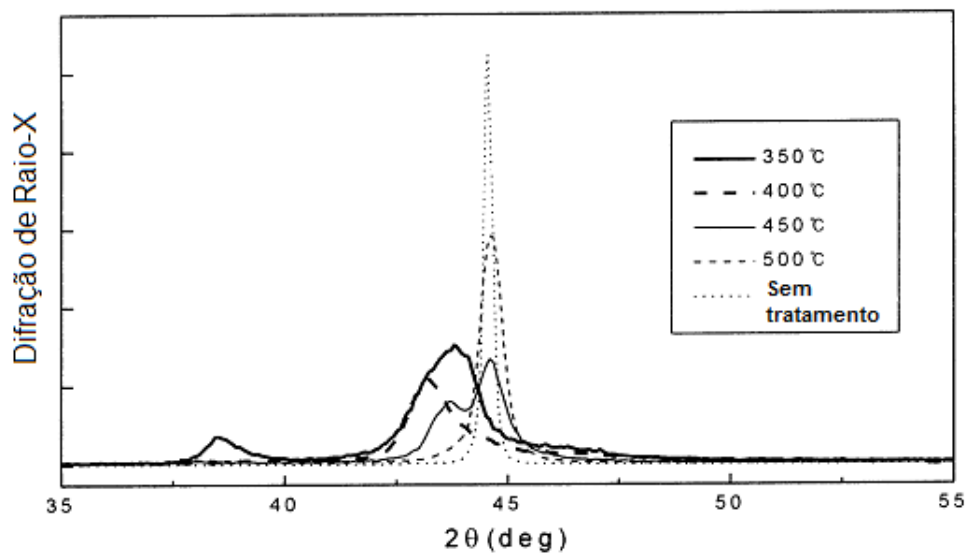


Figura 09: Análise de difração de raio-X (DRX) comparando os parâmetros utilizados no trabalho de KIM *et al*, 2003.

Deste modo, Kim *et al* (2003) comprovaram alguns benefícios e reviram alguns conceitos da aplicação da nitretação a baixa temperatura em aços inoxidáveis martensíticos. Porém, não se aprofundou na comprovação dos benefícios relativos à resistência à corrosão e ao desgaste dos materiais após a aplicação deste tratamento (KIM *et al*, 2003).

Xi *et al* (2008) avaliaram o perfil de dureza, o comportamento sob desgaste e resistência à corrosão do aço inoxidável AISI 420 após nitretação a plasma a baixa temperatura. A maior dureza foi observada sob as condições de: temperatura de 350°C, atmosfera de 25%N₂ + 72% H₂ em 15 horas de nitretação. A dureza foi 4,3 vezes maior do que a dureza do substrato, em até 100 μm de profundidade da

superfície. Foi Analisado por difração de raios-X (DRX), na temperatura de 350°C, um pico de ϵ -(Fe₃N) (44,8°) e uma fase α_N considerada martensita expandida em 42,8°, porém não observado nenhum pico de CrN. A figura 10 mostra os picos das fases conforme mencionado.

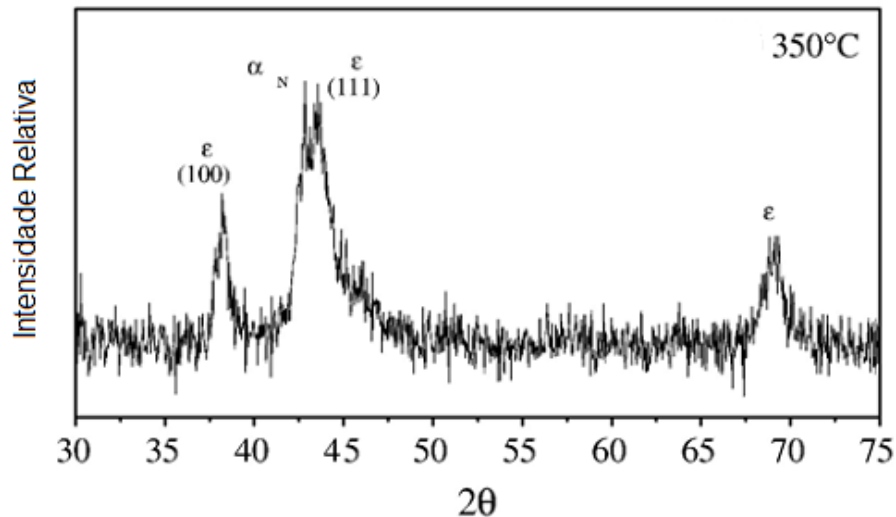


Figura 10: Análise de difração de Raio-X (DRX) da amostra que teve melhor comportamento sob os ensaios realizados no trabalho de Xi *et al*, 2008.

A avaliação de resistência à corrosão nessa condição de 350°C também foi satisfatória, uma vez que o material não teve a presença de CrN, esta foi superior a do material sem tratamento e entre outras condições estudadas no trabalho, por manter o filme protetor sem rompimento em um maior potencial de ensaio que as demais. Conforme ilustrado na figura 11, observa claramente que para as condições não nitretada e 550°C, os potenciais de corrosão mais baixos que a 350°C (XI *et al*, 2008).

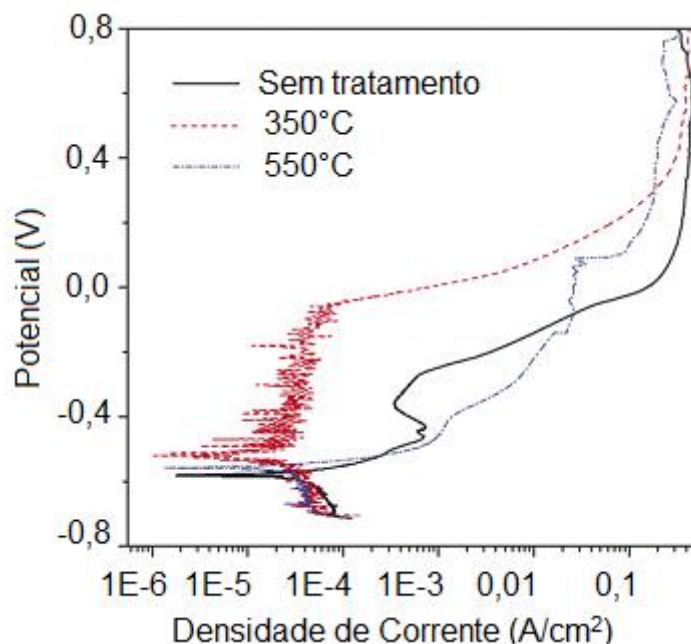


Figura 11: Análise de Polarização Cíclica do aço AISI 420 após nitretação por plasma a 350°C, 550°C e sem tratamento (XI *et al*, 2008).

Com a análise de resistência à corrosão através da polarização cíclica, XI *et al* (2008) concluíram sobre o benefício da aplicação da nitretação por plasma a baixa temperatura nos martensíticos, principalmente para o AISI 420, complementando as suposições de Kim *et al* (2003).

2.5 Tratamentos duplex

Os tratamentos duplex foram os primeiros a serem desenvolvidos na tecnologia de plasma, envolvendo primeiramente a implantação iônica seguida de uma deposição ou revestimento adicional para formar a dupla camada superficial no material. Esta camada adicional, somada à nitretada, melhora as características do material metálico, como exemplo: dureza e resistência ao desgaste (SHORT *et al*, 2008).

Short *et al* (2008) estudaram o efeito da nitretação por plasma seguida de revestimento CN_x , com o intuito de melhorar a resistência à corrosão do aço inoxidável AISI 420. Este revestimento é similar ao DLC. Primeiramente realizaram a nitretação por plasma convencional e na sequência realizaram outro processo de implantação iônica por imersão em plasma, que chamaram de PI^3 . A nitretação foi

realizada a 430°C por 8 horas e o revestimento CN_x, para se completar o tratamento duplex, foi realizado sob a mesma temperatura por mais 2. O resultado de resistência à corrosão sobre esse tratamento duplex não foi tão significativo, mas conseguiram uma boa aderência da superfície com a camada nitretada e o revestimento, resultando em uma proteção adicional ao material, melhorando a dureza e resistência ao desgaste do aço martensítico AISI 420 (SHORT *et al*, 2008).

2.6 Corrosão

Os aços inoxidáveis são suscetíveis à corrosão quando sua camada protetora é rompida devido a um empobrecimento de cromo na superfície do material podendo ser provocada pelo tempo de exposição em um meio agressivo.

Os aços inoxidáveis para instrumentação cirúrgica devem apresentar alta resistência à corrosão, visto que esses materiais estão em contato com meios agressivos, tais como, umidade, sangue, tensoativos e ainda sujeitos a processos de esterilização em autoclaves.

Os tipos de corrosão que os aços podem sofrer são: corrosão generalizada, por pite, em frestas, galvânica, intergranular, sob tensão e corrosão-erosão. Dentre elas, a que os aços inoxidáveis são mais suscetíveis é a corrosão por pite e por frestas, as demais, eles são mais resistentes (PANOSSIAN, 1993).

Por meio das curvas de polarização determina-se a susceptibilidade do aço inoxidável à corrosão por pite e a faixa de potencial dessa susceptibilidade. Esta corrosão ocorre quando há uma quebra local da camada passiva do material. Geralmente os ensaios de polarização utilizam ambientes agressivos contendo íons cloreto, podendo ser utilizados também, meios ácidos, salinos ou cáusticos (PANOSSIAN, 1993; GENTIL; 2003).

Ensaio de resistência à corrosão como Umidade Saturada e Névoa Salina, são outros ensaios que podem ser realizados a fim de analisar o comportamento dos aços inoxidáveis martensíticos para a aplicação odontológica, em brocas, de interesse deste estudo.

O ensaio de Umidade Saturada consiste em acelerar o processo corrosivo de um material em um ambiente que o torne suscetível à corrosão, este ambiente é comumente preparado com teor de saturação de 100% à 40°C, onde o material deve

ser mantido por 48hs. Este ensaio é o que mais se assemelha ao processo real clínico aplicado aos instrumentais cirúrgicos, como por exemplo, simula um ambiente clínico de utilização das brocas, bem como, suas higienizações e esterilizações. O efeito corrosivo ocorre, pois há formação de condensados na superfície do aço, deixando a sua superfície permanentemente úmida. A água utilizada é deionizada (isenta de íons), e por ter seu caráter ácido torna o ambiente crítico e agressivo. Para a verificação da eficiência da película protetora, o material deve resistir, no mínimo, 48 horas, para deste modo, garantir a resistência à corrosão quando aplicado em campo (PANOSSIAN, 1993; ASTM D2247, 2002).

O Ensaio de névoa salina é uma simulação em uma condição muito mais crítica em que normalmente os instrumentais cirúrgicos são encontrados. A atmosfera é extremamente salina sob a temperatura de 35°C. Porém o ensaio é relevante para o desenvolvimento de um novo material ou alguma melhoria de processo, pois se o material resistir 24 horas neste ensaio, com certeza o instrumental que resistir por esse período terá sucesso em campo, pois não haverá nem um ponto de oxidação e/ou corrosão ao longo de sua utilização (ASTM B117, 2009).

Um processo para minimizar o efeito da corrosão por pite nos aços inoxidáveis é o processo de passivação. Que consiste em aumentar a camada passiva natural dos aços inoxidáveis e conseqüentemente o potencial de pite. A passivação é um processo de imersão dos materiais em soluções químicas. Estas soluções são à base de ácido nítrico e dicromato de potássio (HANDBOOK, 1992; GENTIL, 2003).

A limpeza dos materiais também é muito importante, principalmente no caso de instrumentais cirúrgicos. A limpeza recomendada, após a utilização de cada instrumental é: Imersão em ultrassom com detergente enzimático (10% solução) durante 10 minutos, podendo ser utilizado uma escova de nylon para auxiliar a retirada dos resíduos. Como os instrumentais devem ser colocados em kits para serem esterilizados em autoclave a 132°C por 30 minutos, o recomendado é que os materiais não fiquem expostos ao ar, enquanto úmidos, e sim levados o mais rapidamente à autoclave para a secagem e esterilização (ABNT ISO 17665-1, 2010; NEODENT, 2008 e ASTM D2247, 2002).

A resistência à corrosão dos aços inoxidáveis também pode ser melhorada com a adição de Nitrogênio no aço. De acordo com Milosev *et al* (2003), a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis se deve a presença de uma camada oxidada fina e tenaz formada na superfície. Esta camada é chamada de camada passiva. A espessura desta camada é de aproximadamente 1 a 4 nm, e consiste principalmente da fase Cr_2O_3 . A resistência à corrosão desta camada depende tanto da durabilidade, como da homogeneidade e espessura da mesma. A adição de nitrogênio dissolvido nos aços inoxidáveis tem um papel importante que contribui para a durabilidade desta camada passiva. De acordo com resultados de Baba *et al* (2002) e Rotnik *et al* (2003), o nitrogênio dissolvido durante a corrosão se transforma em NH^+4 . O NH^+4 consome o H^+ presente na interface eletrólito da amostra, reduzindo assim o pH, com isso, tem-se o controle da nucleação do pite e promove a repassivação. Consequentemente o papel do nitrogênio dissolvido nos aços inoxidáveis é aumentar o potencial de nucleação de pite, bem como, a capacidade de repassivação (MILOŠEV *et al*, 2003; BABA *et al*, 2002; ROTNIK *et al*, 2003).

Capítulo 3:

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E TÉCNICA DE ANÁLISE

Neste capítulo estão descritos os materiais que foram utilizados no estudo, os procedimentos experimentais e as técnicas de análises empregadas para à caracterização dos resultados.

3.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

As técnicas de análise necessárias para avaliação do comportamento da nitretação por plasma em baixa temperatura, aplicada ao aço ASTM 420F, foram determinadas a partir da escolha e identificação das variáveis do processo. Existem as variáveis independentes e dependentes do processo, estas variáveis podem vir a afetar as propriedades requeridas e almejadas do material escolhido para o estudo.

As variáveis independentes são parâmetros do processo que podem modificar e/ou alterar: a composição química do material, as condições de temperatura e de revenimento. Ou seja, estão ligadas aos parâmetros como tempo, temperatura e atmosfera de todo o tratamento aplicado ao material.

As variáveis dependentes são as variáveis de resposta, que estão ligadas diretamente com a influência dos parâmetros na caracterização do material, tais como: dureza, taxa e resistência de corrosão, microestrutura e fases presentes em cada etapa do tratamento proposto.

A representação gráfica da figura 12 mostra as condições de temperatura e tempos escolhidas para a realização da nitretação por plasma, onde se tem a identificação de cada condição de uma forma simplificada para melhor compreensão dos parâmetros.

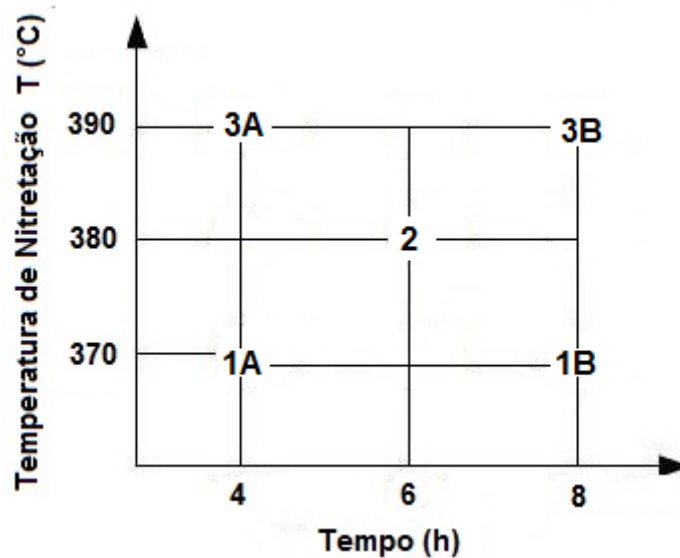


Figura 12: Parâmetros de nitretação por plasma.

O fluxograma apresentado na figura 13 descreve as etapas do experimento e as caracterizações realizadas:

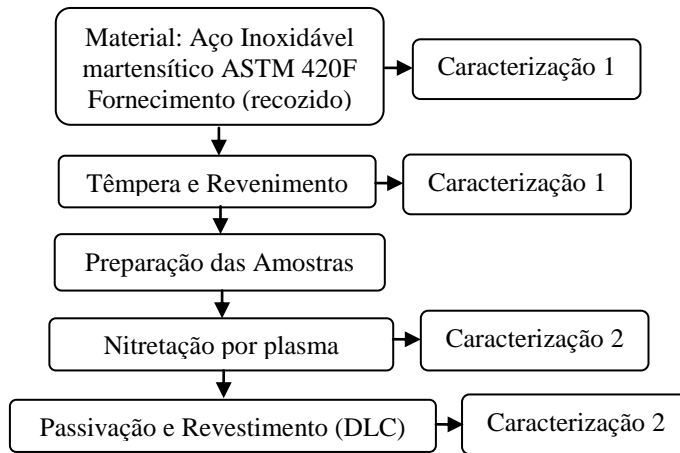


Figura 13: Fluxograma: Metodologia utilizada no estudo.

Segue a descrição de cada caracterização:

Caracterização 1: Microestrutura

Caracterização 2: Microestrutura e dureza

Caracterização 3: Análise microestrutural (MEV e MO), análise das fases presentes (DRX), perfil de dureza e resistência à corrosão.

Caracterização 4: Resistência à corrosão após passivação e após passivação com revestimento (DLC).

3.2 EXPERIMENTOS

3.2.1 Preparação das amostras para a Nitretação por plasma

As amostras foram acopladas em um porta-amostras (cátodo) na forma de roseta com capacidade para 6 amostras e possibilidade de colocar mais 2 porta-amostras, um acima do outro, com capacidade para nitretação de 18 amostras.

Para cada condição foi realizada a nitretação desta maneira. A medição da temperatura foi feita com o uso de um termopar, “tipo K” conectado a um suporte.

O ciclo de nitretação foi realizado em duas etapas:

A primeira consistiu em uma etapa de limpeza por *sputtering* e a segunda no ciclo de nitretação propriamente dito. As condições de limpeza e nitretação são detalhadas nas tabelas 2 e 3, respectivamente.

Segue a descrição das etapas:

Primeira etapa: *Sputtering*.

Esse processo de *sputtering* é recomendado para se obter uma superfície isenta de contaminantes e por isso, foi realizado antes de iniciar o processo de nitretação por plasma.

As amostras receberam a limpeza por *sputtering* dentro do reator conforme as condições a seguir:

- O *Sputtering* iniciou quando a temperatura atingiu 150°C. A descarga de H₂, ao atingir esta condição, teve duração de 30 minutos. A pressão permaneceu em 1,5 Torr todo ciclo de *sputtering*. Antes de iniciar a limpeza, foi verificado o vácuo, este deve ser garantido antes de liberar o H₂ ou qualquer outro gás, pois não é possível realizar o processo sem o vácuo.

Tabela 2: Parâmetros para a limpeza por *sputtering*.

Temperatura	150°C
Pressão	1,5 Torr
Atmosfera	100% H ₂
Vazão	200 SCCM
Tensão fonte	360 a 390 V
Tempo	30 minutos

Segunda etapa: Preparação para o ciclo de nitretação:

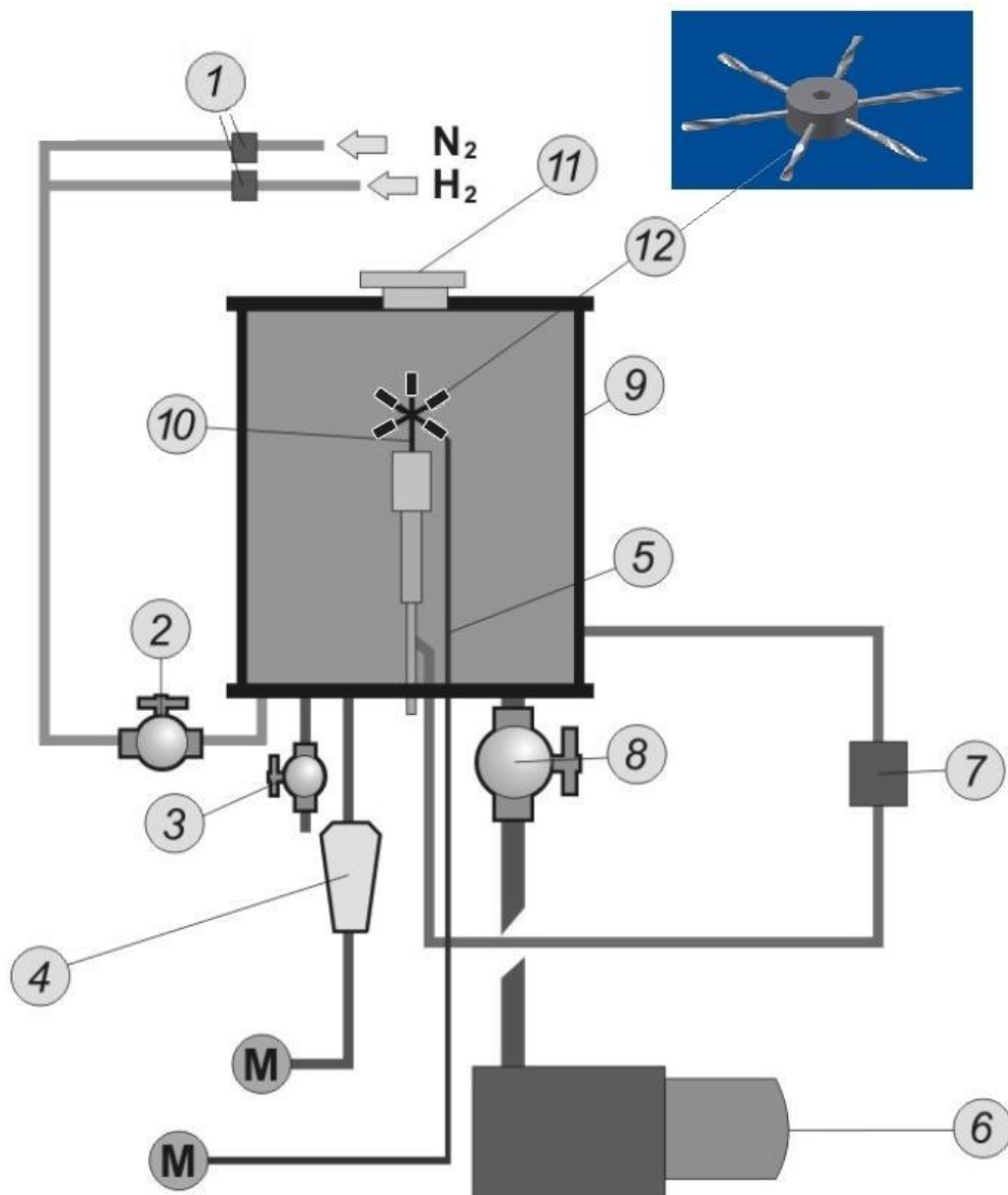
Ao termino do *sputtering*, foram acertados os parâmetros para iniciar a nitretação. Foram acertados, a pressão de Nitrogênio, as porcentagens da mistura gasosa, os tempos e temperaturas, conforme parâmetros estipulados na tabela 3 (Os tempos e temperaturas foram detalhados na figura 12).

Tabela 3: Parâmetros para o processo de nitretação por plasma.

Temperatura	370, 380 e 390°C
Pressão	3 Torr
Mistura Gasosa	5% N ₂ / 95% H ₂
Vazão	200 SCCM
Tensão fonte	500 a 700 V
Tempo	4, 6 e 8h

3.2.2 Nitretação por plasma

As nitretações por plasma foram realizadas em um reator conforme o desenho esquemático da figura 14. O reator é constituído por uma câmara de nitretação, sistema de vácuo e uma fonte de corrente contínua.



01: Fluxímetros	07: Fonte de tensão
02: Válvula da entrada da mistura	08: Válvula do controle do vácuo
03: Válvula para quebra do vácuo	09: Câmara de vácuo
04: Medidor de pressão	10: Porta amostra
05: Termopar (sensor de temperatura)	11: Janela para observação da descarga
06: Bomba mecânica	12: Amostras
M: Multímetros acoplados aos sensores, para leitura dos parâmetros de trabalho	

Figura 14 – Representação esquemática do reator de Plasma (adaptado de REIS, 2007).

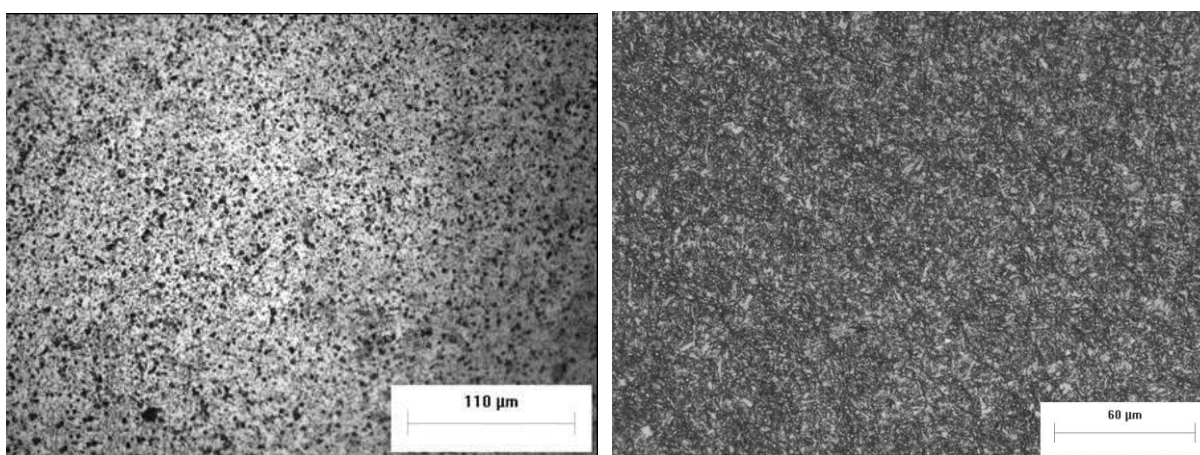
3.3 MATERIAL

O material utilizado nesse trabalho foi o aço inoxidável 420F, próprio para instrumentação cirúrgica, conforme especificações da norma ASTM F899 (2009). Segue composição química deste aço inoxidável martensítico na tabela 4.

Tabela 4: Composição química do aço ASTM 420F utilizado.

Elementos (% massa)								
Liga	C	Mn	P	Si	Cr	Ni	Mo	S
420F	0,32	0,25	0,015	0,40	13,44	0,12	0,01	0,27

A microestrutura de partida do material é apresentada, na figura 15, onde pode observar: (a) na matriz ferrítica, a dispersão dos carbonetos esferoidizados após recozimento. Sendo este o estado de fornecimento do material e (b) microestrutura martensita, após tempera e revenimento. Sendo este o estado do material antes do tratamento por plasma, considerado o estado padrão.



(a)

(b)

Figura 15: (a) Microestrutura do aço inoxidável ASTM 420F, no estado de fornecimento e (b) Microestrutura do aço inoxidável ASTM 420F, no estado padrão, após tempera e revenimento. Ataque Beraha's.

Os materiais foram fornecidos pela Carpenter e usinados na indústria JJGC Ind. e Com. de Materiais Dentários SA, conhecida como Neodent. O tratamento térmico para o processamento das barras dos materiais foi realizado conforme o certificado de qualidade do fornecedor (Technical Datasheet - Carpenter).

Na figura 3 (capítulo 1), tem-se a ilustração do processo de fabricação da amostra, desde o seu estado de fornecimento. A barra fornecida para a usinagem tinha diâmetro de 6,0 mm e foi usinada para o diâmetro da broca escolhida (figura 16). Ainda no formato de blank (figura 03 (a)), antes da realização do processo de nitretação por plasma, foi realizado tratamento térmico de têmpera e revenimento (figura 15).

O material, em forma de blank, foi austenitizado a 1020°C, temperado com vapor de nitrogênio (N₂), abaixo de 50°C, depois de atingido essa temperatura foi revenido a 250°C por 1 hora e resfriado ao ar. O Tratamento térmico aplicado foi conforme os padrões para aplicação de brocas cirúrgicas (Capítulo 2).

Após o tratamento térmico, o blank foi retificado e torneado no formato de uma broca (figura 16), e esta, foi denominada de amostra padrão. Apresentando microestrutura martensítica com dureza entre 49-52 HRC, adequada para a aplicação do instrumental.

Deste modo, todo o estudo foi realizado em brocas, chamadas de amostras padrão.

3.3.1 Preparação das amostras

As amostras foram usinadas nas dimensões ilustradas na figura 16 para a realização dos ensaios. Antes de realizar os ensaios, as amostras foram higienizadas com tensoativos próprios para limpeza de peças metálicas, em seguida realizada lavagem e enxágüe com água deionizada e vapor d' água para aquecimento e melhoraria da eficiência da limpeza. Após essa pré-higienização as amostras passaram ainda por uma etapa de limpeza utilizando ultrassom, imersas em álcool durante 30 minutos.

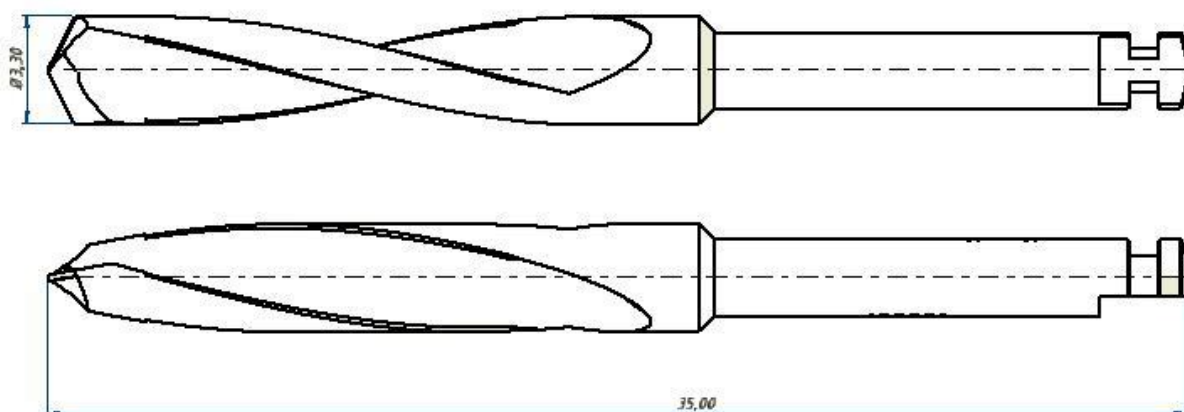


Figura 16: Desenho ilustrativo das dimensões das brocas: 3,3 x 35 mm

A amostragem utilizada para a realização dos testes está descrita na tabela 5, onde se tem o resumo dos ensaios e as amostras necessárias para cada um, respectivamente.

Tabela 5: Ensaios realizados e amostras utilizadas, para cada temperatura e tempo do processo de nitretação por plasma (Parâmetros na Figura 12):

ENSAIOS	Nitretação	Passivação	Passivação/DLC
SALT SPRAY	1	1	1
UMIDADE SATURADA	1	1	1
MEV e METALOGRAFIA	0	1	0
DIFRAÇÃO RAIOS-X	0	1	0
TOTAL PARA CADA ENSAIO	8		
TOTAL PARA 5 CONDIÇÕES	40		

A tabela 05 explica que: Os ensaios realizados nas brocas foram Salt Spray, Umidade Saturada, MEV, metalografia e difração de raios-X. A quantidade de amostras está demonstrada logo abaixo aos processos aplicados, nas brocas, para cada condição de nitretação (Figura 02). Foram chamados de:

Nitretação: Apenas brocas nitretadas.

Passivação: Brocas nitretadas e passivadas.

Passivação/DLC: Brocas nitretadas, passivadas e revestidas com DLC.

As peças nitretadas receberam uma passivação. Esta passivação ocorreu em 3 etapas: Imersão em uma solução de soda cáustica, solução de ácido nítrico em 20% e novamente soda cáustica, sendo 30 minutos cada etapa. Em seguida as amostras foram higienizadas com tensoativos, lavadas e enxaguadas com água deionizada e vapor d'água.

O revestimento DLC foi aplicado às brocas nitretadas e passivadas. O revestimento DLC foi realizado por uma empresa terceira, cujas especificações do revestimento seguem a norma BBR RP 48 (norma interna da empresa terceirizada para esse serviço), com controle de camada em microns (μm). Para o lote de brocas desse estudo, o revestimento foi de 1,60 μm .

As amostras foram todas identificadas, conforme descrição abaixo. E deste modo, foi garantido a rastreabilidade de todos os ensaios realizados.

As brocas passivadas, receberam a letra P logo após a condição de nitretação aplicada, por exemplo, a condição 3AP foi nitretada a 390°C por 4 horas e passivada. Quando tem o DLC, não é necessário a letra P, pois sabe-se que todas que receberam revestimento DLC foram passivadas, em exemplo, 3ADLC.

Segue o detalhamento para cada condição:

1A) Amostras submetidas a 370°C – 4 horas:

1AN = Amostra nitretada a 370°C.

1AP = Amostra nitretada a 370°C e passivada.

1ADLC = Amostra nitretada a 370°C, passivada e com revestimento DLC.

1B) Amostras submetidas a 370°C – 8 horas:

1BN = Amostra nitretada a 370°C.

1BP = Amostra nitretada a 370°C e passivada.

1BDLC = Amostra nitretada a 370°C, passivada e com revestimento DLC.

2) Amostras submetidas a 380°C – 6 horas:

2N = Amostra nitretada a 380°C.

2P = Amostra nitretada a 380°C e passivada.

2DLC = Amostra nitretada a 380°C e passivada.

3A) Amostras submetidas a 390°C – 4 horas:

3AN = Amostra nitretada a 390°C.

3AP = Amostra nitretada a 390°C e passivada.

3ADLC = Amostra nitretada a 390°C, passivada e com revestimento DLC.

3B) Amostras submetidas a 390°C – 8 horas:

3BN = Amostra nitretada a 390°C.

3BP = Amostra nitretada a 390°C e passivada.

3BDLC = Amostra nitretada a 390°C, passivada e com revestimento DLC.

Para não perder a rastreabilidade das condições de nitretações aplicado a cada broca, foram realizadas marcações nas peças, próximas ao local de fixação do contra-ângulo (figura 17).

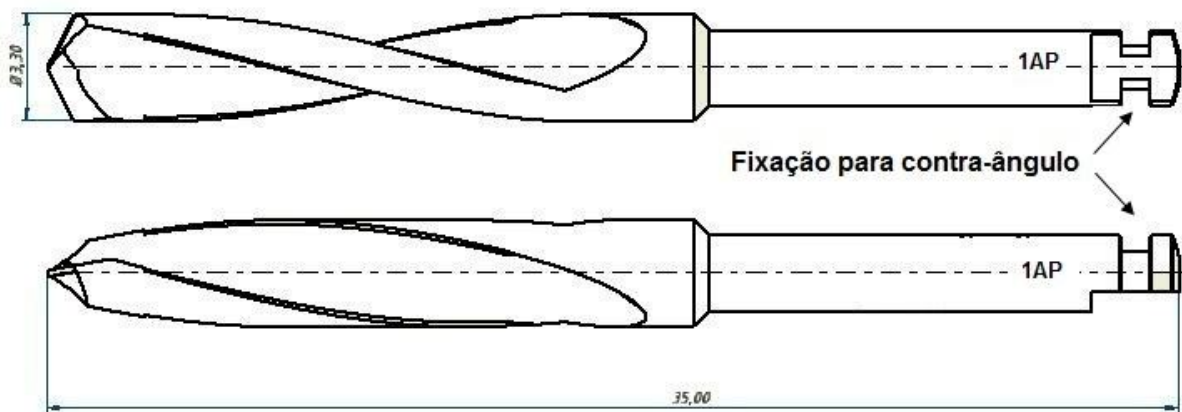


Figura 17: Desenho ilustrativo da identificação das amostras para a realização dos ensaios garantindo a rastreabilidade.

3.4 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

3.4.1 Metalografia

O processo de preparação das amostras para a realização das análises metalográficas, seguem o seguinte procedimento:

As amostras antes foram cortadas em uma cortadeira manual para facilitar a preparação para o embutimento.

A metodologia e insumos utilizados para o Embutimento foram:

- a) Resina: PolyFat –Struers
- b) Equipamento: CitoPress 1 – Struers
- c) Parâmetros: Conforme tabela 6

Tabela 6: Parâmetros para embutimento.

Aquecimento			Resfriamento	
Temperatura	Tempo	Pressão	Velocidade	Tempo
180°C	5 min	300 BAR	Média	2 min

Após embutidas às amostras foram lixadas, utilizando o equipamento e parâmetros abaixo:

- a) Equipamento: TegraPol -25 – Struers
- b) Parâmetros: Método Inox: Tabela 7.

Tabela 7: Parâmetros para lixamento.

Passo	Inicial	Final
Lixa	SiC- Grit 320	MD-Largo (Lixa de Compósitos)
Lubrificante	Água	DiaPro Allegro/Largo 9 μ
Velocidade Amostra	300 rpm	150 rpm
Força	60 N	120N
Direção da Rotação	A favor	Contra
Velocidade Disco	150 rpm	150 rpm
Tempo	1'30"	2'00"

Para finalizar a preparação metalográfica, realizou-se o polimento, conforme equipamento e parâmetros abaixo:

- a) Equipamento: TegraPol -25 - Struers
- b) Parâmetros: Tabela 8.

Tabela 8: Parâmetros para polimento.

Passo	Intermediário	Final
Superfície	MD-Mol (Tecido de Lã)	MD-Chem (Sintético Poroso)
Tipo de Abrasivo	DiaPro Mol – Diamante 3 μ	Sílica Coloidal
Velocidade	150 rpm	150 rpm
Força	120 N	120 N
Direção da Rotação	Contra	Contra
Velocidade Disco	150 rpm	150 rpm
Tempo	2'00"	2'00"

Após a preparação realizou-se o ataque químico com o objetivo de revelar a microestrutura das brocas que foram submetidas ao processo de nitretação proposta no trabalho. A solução que melhor revelou em microscópio óptico as microestruturas e camadas nitretadas, foi com o reagente metalográfico Beraha's (85 ml H₂O + 15 ml HCl + 1 g K₂S₂O₅).

3.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Utilizou-se o equipamento de microscopia eletrônica de varredura da marca Shimadzu, modelo Superscan SSX-550.

A metodologia para a produção de imagens eletrônicas via detecção de elétrons secundários está descrita nos manuais oferecidos pela Shimadzu, intitulados: "SCANNING ELECTRON MICROSCOPE SUPERSCAN SS-550 INSTRUCTION MANUAL" e "Scanning Electron Microscope SUPERSCAN SS/SSX series Observation Guide".

As imagens obtidas na microscopia eletrônica de varredura referem-se às imagens de elétrons secundários em 1000 x de ampliação. A identificação de composição química foi realizada por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), onde o feixe teve uma distância de 17 mm da amostra. A análise micrográfica foi realizada após o ataque Behara's utilizado para metalografia.

3.4.3 Dureza

Para a determinação dos valores de dureza foi utilizado um micro durômetro Shimadzu Microhardness Tester modelo HMV2. As medidas foram realizadas em perfil no corte transversal e no topo da broca. A carga utilizada foi de 1 Kgf, em um equipamento para medição em Vickers, e para as durezas de topo (superfície) foi utilizado ponteira Knoop com carga de 0,025 Kgf, para o perfil de dureza. O tempo de aplicação foi de 10 s em cada indentação.

Além das medidas de topo (figura 18), foi realizado um perfil de dureza das amostras, a fim de avaliar o perfil iniciando pela superfície até uma determinada profundidade da amostra (figura 19). Para a realização deste perfil de dureza, foi escolhido Knoop (HK), pois se tem melhor visualização das indentações.

A região escolhida para a realização das medições de topo está ilustrada na figura 18 e o perfil de dureza na figura 19.

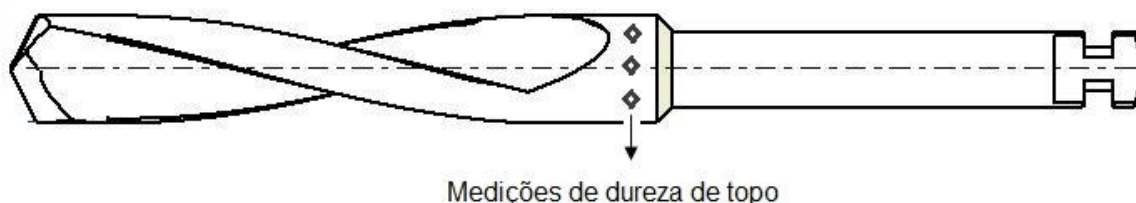


Figura 18: Ilustração da região de medição de dureza de topo.

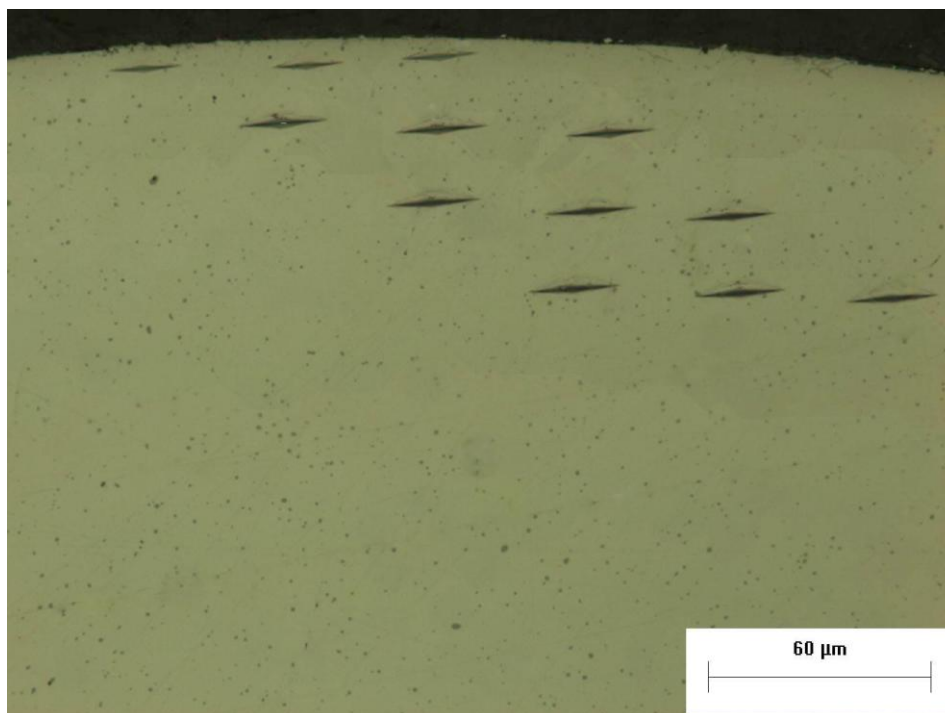


Figura 19: Ilustração das indentações necessárias para as medições da Dureza em Knoop (HK) para cada condição de nitretação.

Para a realização do perfil, iniciou em 10 microns da superfície para a primeira indentação e os espaçamentos para a realização do perfil foi de 50 microns.

3.4.4 Difração de Raio-X

A análise por Difração de Raios-X (DRX), foi utilizada para a caracterização das fases presentes formadas após a nitretação nas 5 condições de nitretações aplicada às brocas. O difratômetro utilizado foi o Rigaku modelo Ultima IV pertencente ao Instituto de Estudos Avançados (IEA), Comando da Aeronáutica de São José dos Campos. Dois tipos de análise foram realizadas. Na primeira o ângulo de varredura utilizado foi em um intervalo de 20° a 90° , com tensão de 40 keV e corrente de 40 mA, a radiação incidente foi a K-alfa Cu, com taxa de varredura de $0,05^\circ/\text{s}$ e foi utilizada uma fenda de 0,5 mm. Para a segunda análise utilizou se a configuração de angulo incidente rasante de 10° , a varredura foi realizada entre 40° e 50° e tempo de contagem de 60 s. Os demais parâmetros foram mantidos constantes.

3.4.5 Resistência à Corrosão

A caracterização da resistência à corrosão das amostras foi realizada através dos ensaios de Umidade Saturada e Névoa Salina. Esses ensaios são utilizados para simular ambientes muito agressivos e verificar a resistência à corrosão dos materiais e avaliar a qualidade dos processos aplicados sob o material.

As condições reais de utilização de um instrumental também são agressivas, isso se deve às esterilizações em autoclave, ambientes alcalinos e sangue em que os instrumentais, como broca, são submetidos. Deste modo, o ensaio de Umidade Saturada é o que mais se aproxima dessa realidade de ambiente de utilização de um instrumental.

A broca isenta de corrosão em 48 horas após o ensaio de resistência à corrosão em Umidade Saturada, será isenta de corrosão até o término de sua vida útil hoje determinada, ou seja, após 20 inserções de implantes. Isto foi comprovado em campo. Porém com relação à Névoa Salina não é possível esta comparação, uma vez que o ensaio é muito mais agressivo que o ambiente real, mas tem grande importância para avaliação do benefício dos tratamentos aplicados ao material e verificar as suas diferenças, podendo ser conclusivo em uma definição de material ou um processo de tratamento de superfície.

3.4.5.1 Umidade Saturada

O equipamento utilizado para a Umidade saturada 100% foi o EQUILAM, modelo KE 300KZ. Capacidade para 300 Litros. O ensaio foi baseado na norma ASTM D2247, 2002.

Condições do ensaio:

- Água deionizada;
- Orvalho contínuo nos corpos de prova
- Temperatura de $40 \pm 2^\circ\text{C}$;
- Período de exposição: 48 horas.

3.4.5.2 Névoa Salina (Salt Spray)

O equipamento utilizado foi a Câmara de Névoa Salina, modelo USC-02 BASS. Capacidade para 710 Litros. Dimensões principais internas: 920x 920x850mm. O ensaio foi baseado na norma ASTM B117, 2009.

Condições do ensaio:

- Solução salina de cloreto de sódio (NaCl) em água deionizada à 5% (50 g/L);
- pH da solução entre 6,5 a 7,2;
- Fluxo de névoa de 1-2 mL/hora;
- Temperatura de $35 \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Período de exposição: 24 horas.


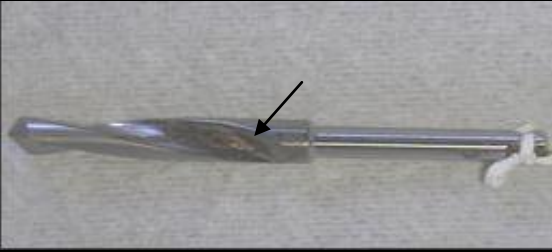
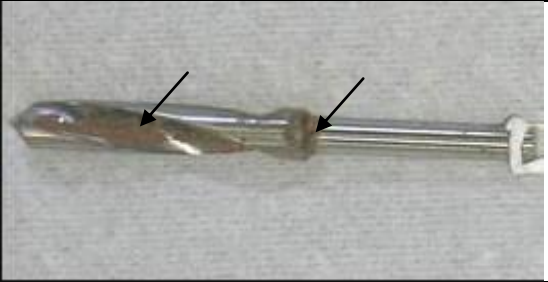
Como a avaliação da resistência à corrosão é qualitativa, foi necessário criar critérios de avaliação para caracterizar a amostra com relação a sua resistência à corrosão.

Segue o resumo dos conceitos na tabela 9 e na tabela 10 as imagens correspondentes a cada conceito para melhor entendimento dos critérios.

Tabela 9: Resumo dos critérios de corrosão.

Avaliação após ensaios de corrosão	Conceito
Isento de corrosão	A
Início de corrosão no helicoidal da broca	B
Corrosão no helicoidal e início da haste	C
Corrosão generalizada	D

Tabela 10: Critérios para avaliação das inspeções após ensaios de resistência à corrosão do material 420F sob as diferentes condições de nitretação.

CRITÉRIOS PARA AVALIAÇÃO DE RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO MATERIAL 420F NITRETADO A BAIXA TEMPERATURA APÓS ENSAIOS DE CORROSÃO		
Avaliação após os ensaios de Umidade Saturada e Névoa Salina	Classificação da resistência à corrosão	Ilustração para cada condição classificada.
Isento de corrosão	A	
Início de corrosão no helicoidal da broca	B	
Corrosão no helicoidal e início da haste	C	
Corrosão generalizada	D	

Capítulo 4:

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são discutidos os resultados obtidos para os ensaios detalhados no capítulo 3. Conforme a apresentação dos resultados, foram avaliadas as respostas do material sob as condições de tratamento em que foi submetido.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS APÓS A NITRETAÇÃO

A primeira avaliação realizada para analisar a microestrutura e composição química da broca nitretada, foi à microscopia eletrônica de varredura (MEV). A figura 20 mostra a imagem obtida pelo MEV da condição de nitretação 2 e a composição química (revelada por EDS).

Obtou-se por discutir apenas uma condição neste ensaio, pois apesar das diferenças de espessura das camadas nitretadas, não foi possível uma nitidez na

revelação por MEV suficiente para a diferenciação das camadas de cada condição.

O intuito deste ensaio foi mostrar que há uma diferença entre o substrato e a camada nitretada e indicar quais são os elementos mais importantes revelados nas camadas indicadas.

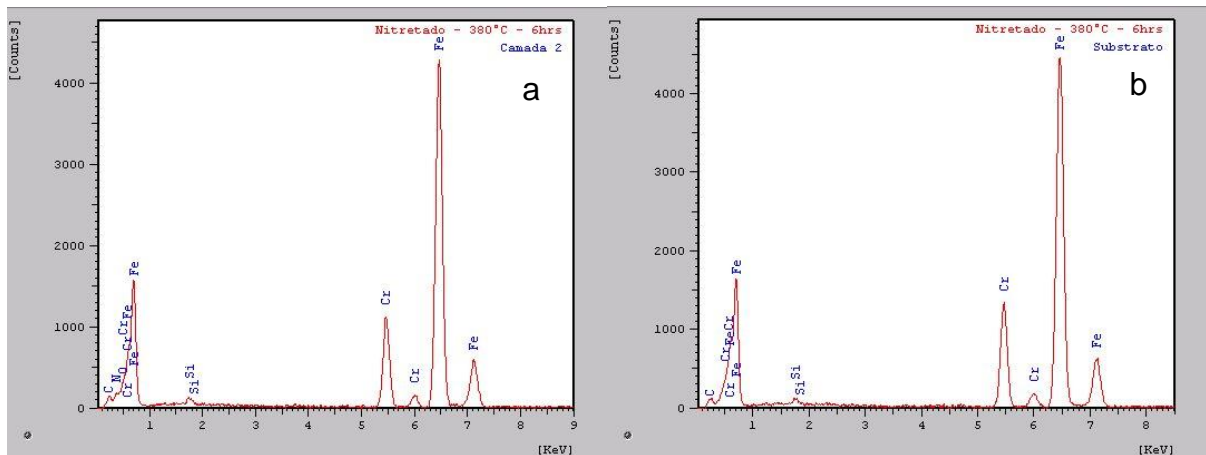
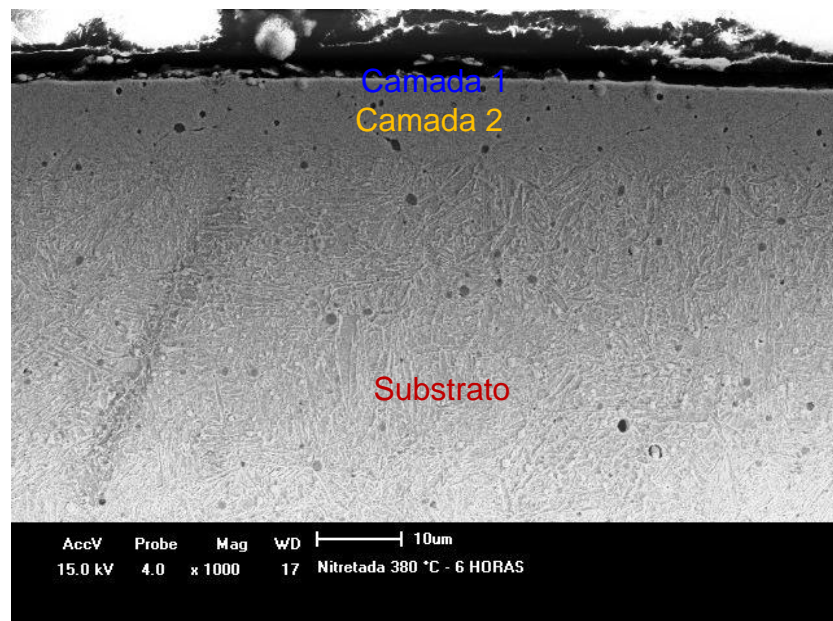


Figura 20: Análise de MEV demonstrando a microestrutura do aço ASTM 420F em uma das condições de nitretação em que foi submetido. E a composição química, reveladas por EDS, nas regiões (a) camada 2 e (b) substrato.

Na tabela 11 tem-se a comparação da composição química dos elementos Nitrogênio e Cromo, revelados na camada nitretada e no substrato.

Tabela 11: Composição química do Nitrogênio e Cromo.

Composição Química (% massa)	Nitrogênio	Cromo
Substrato (núcleo)	0	14,12
Camada 2: Nitretada	4,75	10,76

A camada 1 foi formada a partir da passivação das brocas, após a nitretação. Esta camada é uma película fina de óxido, chamada de camada passiva. Obtou-se por não realizar EDS, devido a espessura da película ser nanométrica, não revelando apenas os elementos químicos como oxigênio da película, mas também aparecer elementos da própria resina de embutimento.

Abaixo dessa película, têm-se a camada 2. Na tabela 11 ficou evidente a presença de nitrogênio, indicando a camada nitretada, e um leve empobrecimento de cromo, que pode ser devido à formação de nitretos de cromo. Percebe-se que esta camada nitretada é mais homogênea e compacta que o substrato, isto apenas superficialmente, pois o substrato não teve alteração. Um indicativo de que a camada nitretada pode ser mais dura que o núcleo.

Na sequência foram analisados os resultados de Microscopia óptica (MO) e DRX. Por análise de DRX, a microestrutura da camada nitretada foi identificada de martensita expandida, α_N (Figuras 26 a 31).

Para cada condição de nitretação foi avaliado a microestrutura por MO. A fim de revelar melhor a camada nitretada superficial e sua profundidade em μm .

As camadas médias de martensita de nitrogênio variam com relação a cada condição. Para se ter maior confiabilidade da camada medida, foi realizado uma média de 10 medições de profundidade ao longo de 260 μm que é equivalentes ao tamanho das imagens metalográficas das figuras 21 a 25. A cada 26 μm foi realizada uma medição de profundidade e a média das 10 que foi considerada.

Os resultados das micrografias e profundidades de camada são mostrados nas figuras 21 a 25.

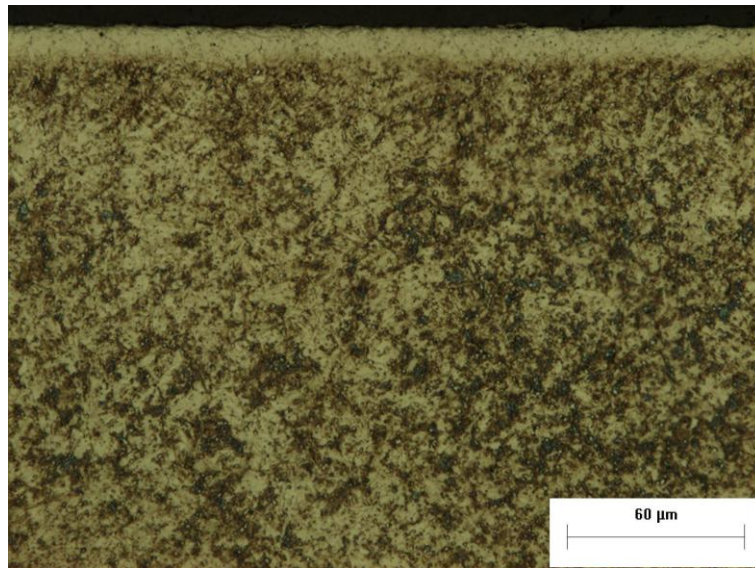


Figura 21: Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 1A. Espessura da camada nitretada de: 10 µm de profundidade.



Figura 22: Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 1B. Espessura da camada nitretada de: 12 µm de profundidade.

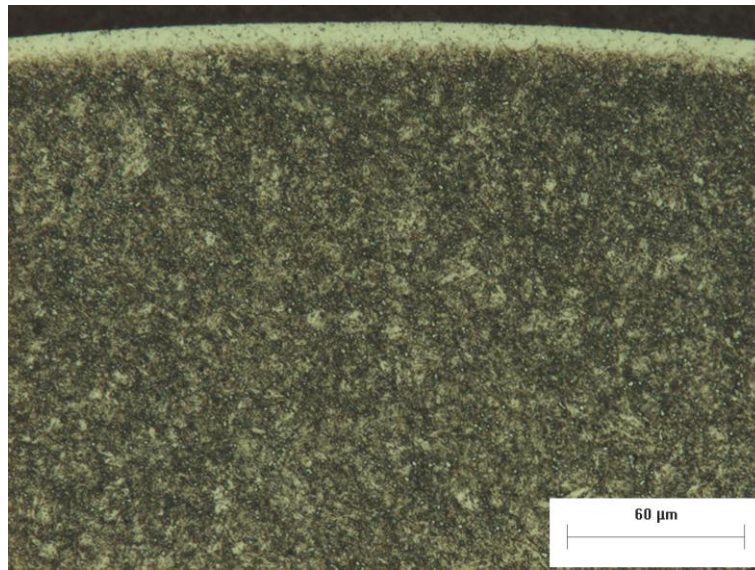


Figura 23: Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 2. Espessura da camada nitretada de: 8 µm de profundidade.

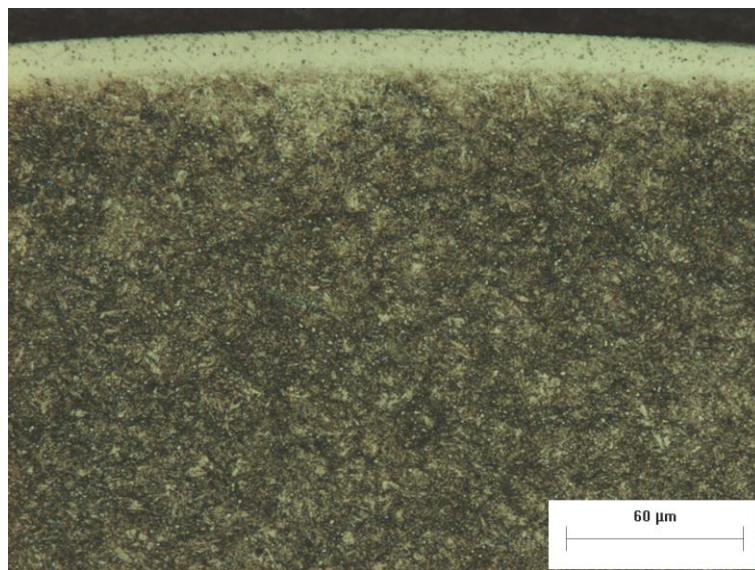


Figura 24: Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 3A. Espessura da camada nitretada de: 13 µm de profundidade.



Figura 25: Microestrutura da seção transversal do maior diâmetro da broca nitretada após condição 3B. Espessura da camada nitretada de: 15 µm de profundidade.

A condição que tem a maior temperatura apresentou maior profundidade de camada, isso era previsto uma vez que a solubilidade do nitrogênio aumenta conforme a temperatura de processo. A profundidade da camada foi aumentada proporcionalmente a cada condição. Interessante que a 1A e 1B tem a mesma temperatura, porém tempos diferentes, mas apresentaram camadas similares. As camadas foram de 2 µm de diferença entre uma para outra.

A Condição 2 apresentou uma camada de 8 µm, pequena diferença das condições de temperatura e tempos mais próximos (1B e 3A). 2 µm abaixo de 1B e 1 µm acima de 3A. Resultado interessante, pois realmente é uma condição intermediária, onde o tempo não é muito longo para se trabalhar em escala industrial, e a profundidade de camada nitretada foi satisfatória.

Para avaliação das fases e melhor compreensão das camadas formadas em cada uma das condições de nitretação, segue os difratogramas de DRX para cada condição de nitretação, representado nas figuras 26 a 31.

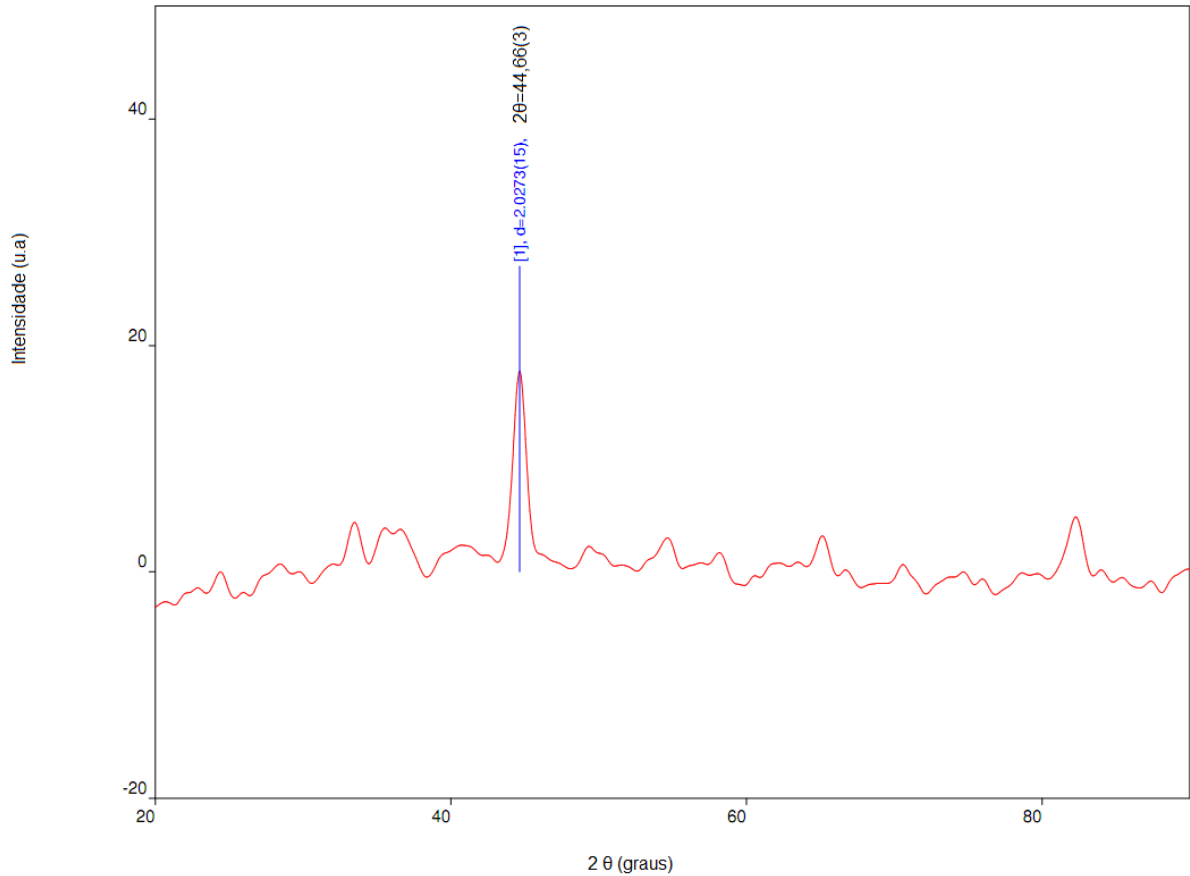


Figura 26: Difratograma obtido para o aço ASTM 420F na condição não nitretada, ou seja, a condição da amostra padrão.

No difratograma da condição não tratada identifica-se os picos da fase martensita.

O pico de 44,66° revela o aço martensítico, na sua fase, α , de estrutura cristalina, HC. Nos próximos difratogramas, pode se notar um deslocamento deste pico, para a esquerda, que por consequência das temperaturas e tempos de processo, os átomos se rearranjam, ou seja, se modificam, revelando outras estruturas cristalinhas. Conforme figuras 26 a 30.

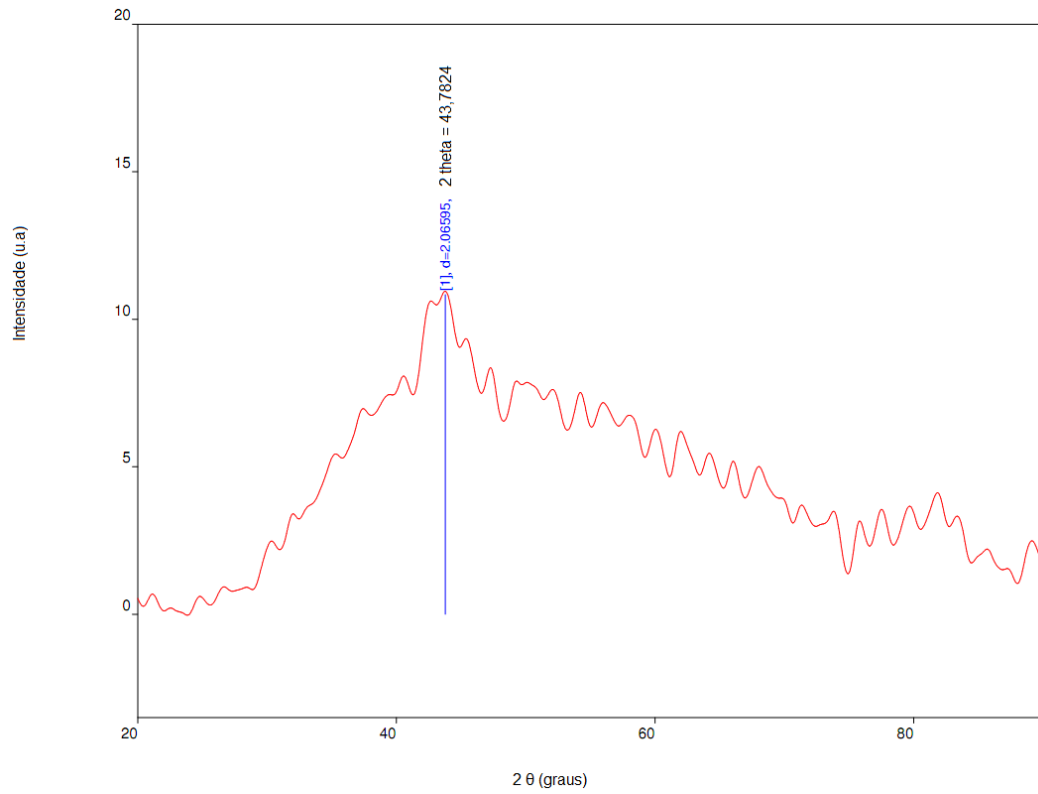


Figura 27: Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 1A.

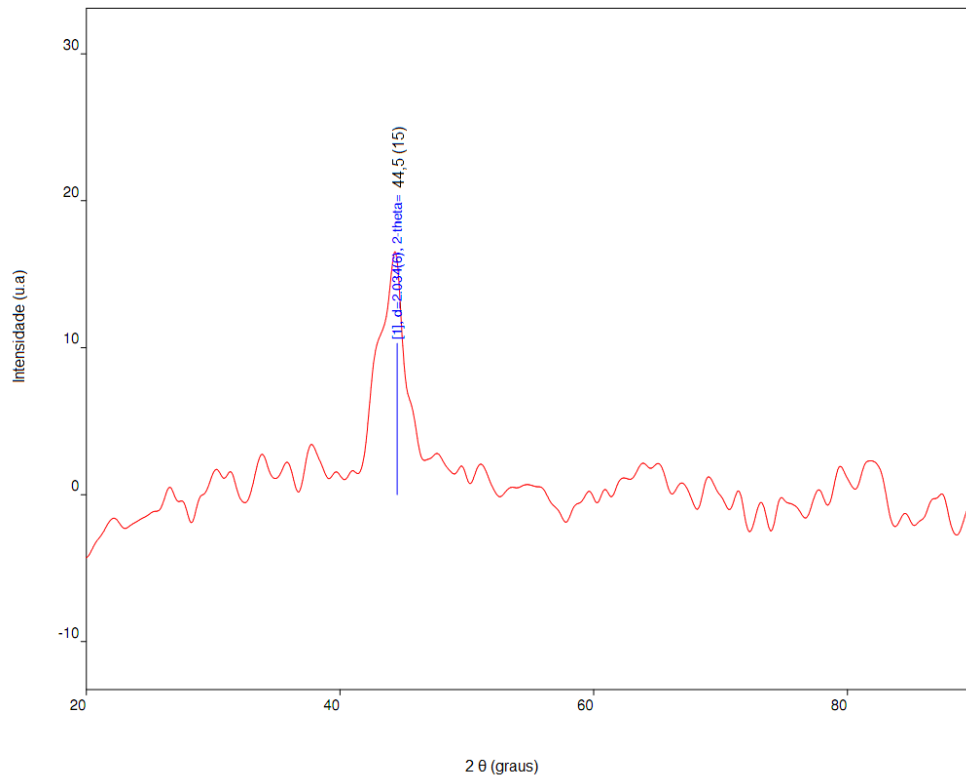


Figura 28: Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 1B.

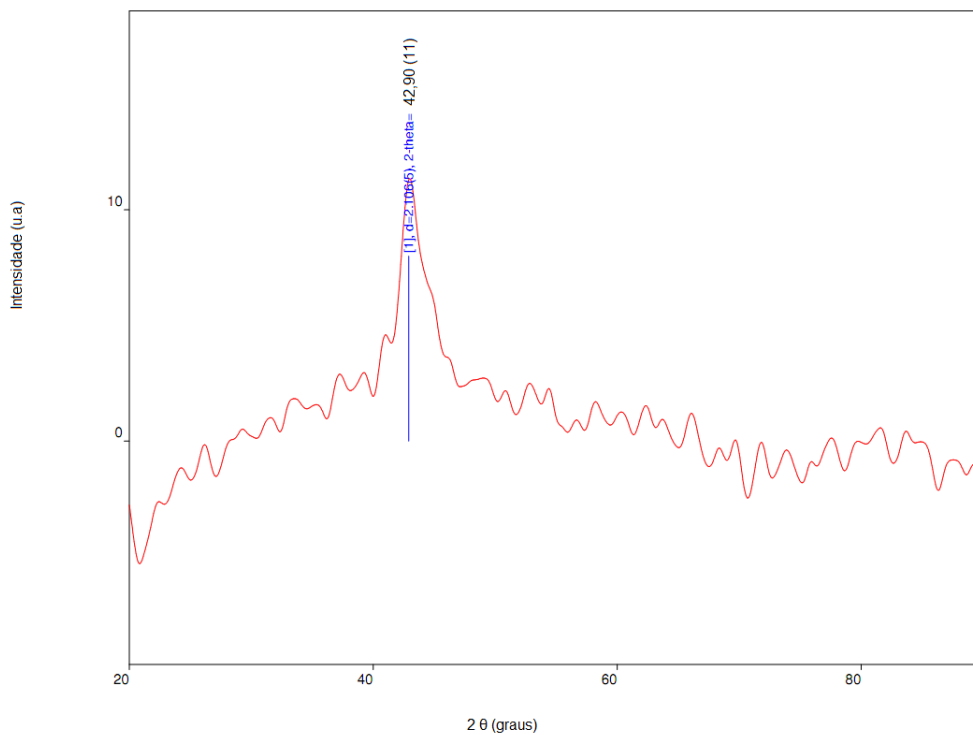


Figura 29: Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 2.

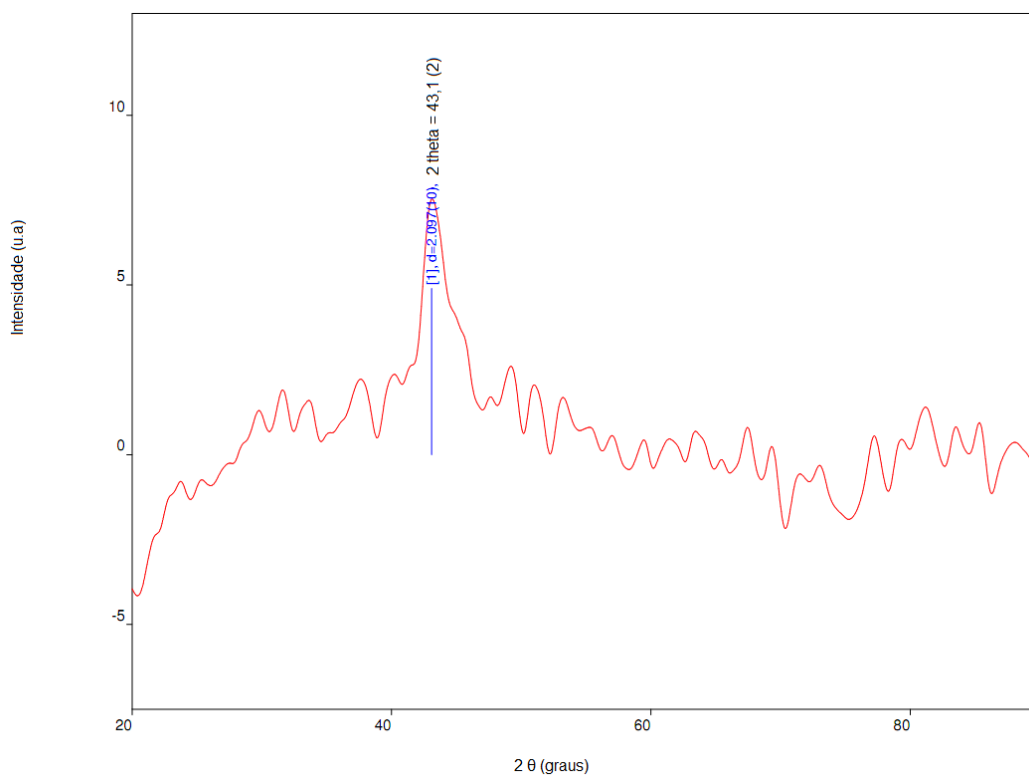


Figura 30: Difratoograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 3A.

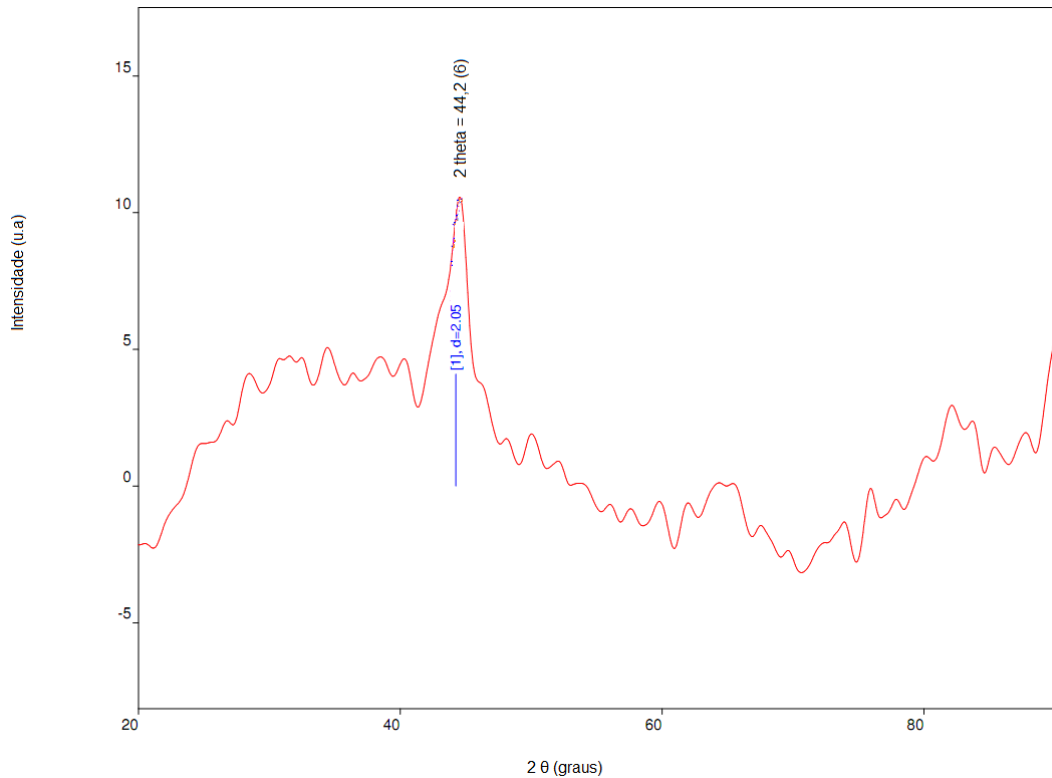


Figura 31: Difratograma obtido para o aço ASTM 420F na condição 3B.

Como pode ser observado, em todos os difratogramas para as condições tratadas o pico da fase martensita situado em, aproximadamente, $44,66^\circ$ se desloca, para a esquerda. Este deslocamento está associado à distorção provocado pela adição do nitrogênio intersticialmente. Este pico deslocado é associado à fase martensita expandida (α_N) (KIM *et al*, 2003; XI *et al*, 2008).

A condição que provocou maior deslocamento deste pico foi a condição 2 ($42,90^\circ$) e o menor foi a condição 1B ($44,50^\circ$). Verifica-se também que os picos se tornam mais largos indicando uma suposta amorfização da superfície ou outras variações das concentrações do nitrogênio superficial, na área analisada. A amostra por ser cilíndrica dificultou a análise por DRX, gerando um pouco de ruído no resultado.

Com o intuito de entender melhor o que ocorre nas condições de nitretação, bem como, as influências das temperaturas e tempos nos resultados de DRX. Outra análise de DRX foi realizada na configuração com ângulo incidente rasante. Estes resultados são mostrados na figura 32.

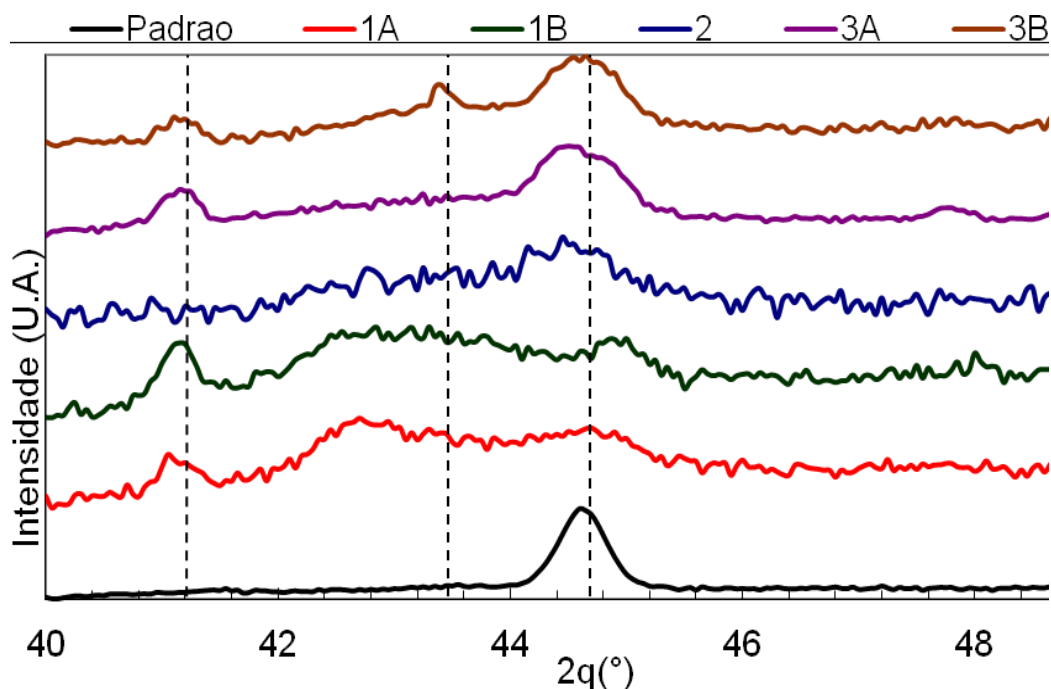


Figura 32: Difratogramas obtidos por análise em ângulo rasante do aço ASTM 420F nas condições Padrão, 1A, 1B, 2, 3A e 3B.

A análise do difratograma, da figura 32, permite verificar que realmente ocorreu um alargamento dos picos indicando uma amorfização da superfície por consequência das nitretações terem sido realizadas nas temperaturas inferiores a 400°C. Verifica-se também o aparecimento de um pico em aproximadamente 41,1°. Pico este não identificado. Este pico possivelmente é devido à formação de uma camada muito fina, dificultando sua definição mesmo em ângulo rasante. Mais estudos serão necessários para a identificação dessa estrutura.

O alargamento do pico possivelmente se deve a fatores como tensões residuais não uniformes e formação de filmes muito finos, ou ainda uma modificação da superfície, com uma estrutura cristalina não definida por este equipamento em específico utilizado.

Contudo, a condição 2 teve destaque também na análise do difratograma em ângulo rasante, pois não apresenta picos equivalentes aos picos de compostos ou precipitados, revelando apenas a camada desejada de martensita expandida (α_N).

4.2 EFEITO DA TEMPERATURA DE NITRETAÇÃO NA DUREZA DO MATERIAL

Como a camada enriquecida com nitrogênio obtida foi superficial, em primeiro momento serão discutidos as durezas de topo para cada condição.

Na tabela 12, tem-se a comparação das medições de durezas, em Vickers, obtidas após as nitretações em relação ao padrão da amostra.

Tabela 12: Comparação de durezas de topo (superfície). Condições nitretadas vs padrão (sem nitretação)

DUREZA DE TOPO (SUPERFÍCIE) - Aço ASTM 420F					
Cargas = 0,025 Kgf (HK) e 1 Kgf (HV)					
Condição	Temperatura	Tempo	Dureza de topo (HV)	Dureza de topo (HK)	Desvio padrão (σ)
1A	370°C	4 horas	791	779	87,57
1B	370°C	8 horas	1108	951	26,18
2	380°C	6 horas	894	773	125,61
3A	390°C	4 horas	971	895	9,85
3B	390°C	8 horas	988	926	37,04
Padrão	Temperado e Revenido	30 minutos e 1 hora	517	513	4,34

O aumento da dureza entre todas as condições de nitretação é significativo em comparação com as durezas de topo da amostra padrão. Claramente pode se perceber que com o aumento da temperatura e tempos de nitretação a um aumento na dureza do material. Isto se deve a camada rica de nitrogênio, α_N , formada na superfície do material. Os picos não identificados por DRX podem ser camadas muito finas de nitretos, a formação desses compostos podem ter influenciado no aumento de dureza observado nas nitretações.

A tabela 13 mostra as durezas de topo, na camada duplex, ou seja, em cada condição de nitretação com a adição do revestimento DLC em relação ao padrão com DLC.

Tabela 13: Durezas de topo do tratamento duplex:

DUREZA DE TOPO DO AÇO ASTM 420F		
Carga = 1Kgf		
Condição	Dureza de topo (HV)	Desvio padrão (σ)
1A + DLC	954	67,07
1B+ DLC	953	78,48
2 + DLC	860	31,84
3A+ DLC	947	30,87
3B+ DLC	1121	24,20
Padrão + DLC	576	35,73

Pode se dizer que as durezas são equivalentes para as condições de nitretação e nitretação com DLC. Foi aplicado sobre as amostras nitretadas 1,60 μm de revestimento DLC.

A menor dureza das condições de nitretação ficou 1,6 vezes maior que a dureza da condição padrão. E a maior dureza, na condição de maior tempo e temperatura, foi 1,9 vezes maior que a do padrão. Esse resultado é muito satisfatório.

Segue figura 33 apresenta o perfil, em Knoop, das durezas em todas as condições de nitretação em comparação com o padrão, sem tratamento, apenas temperado e revenido.

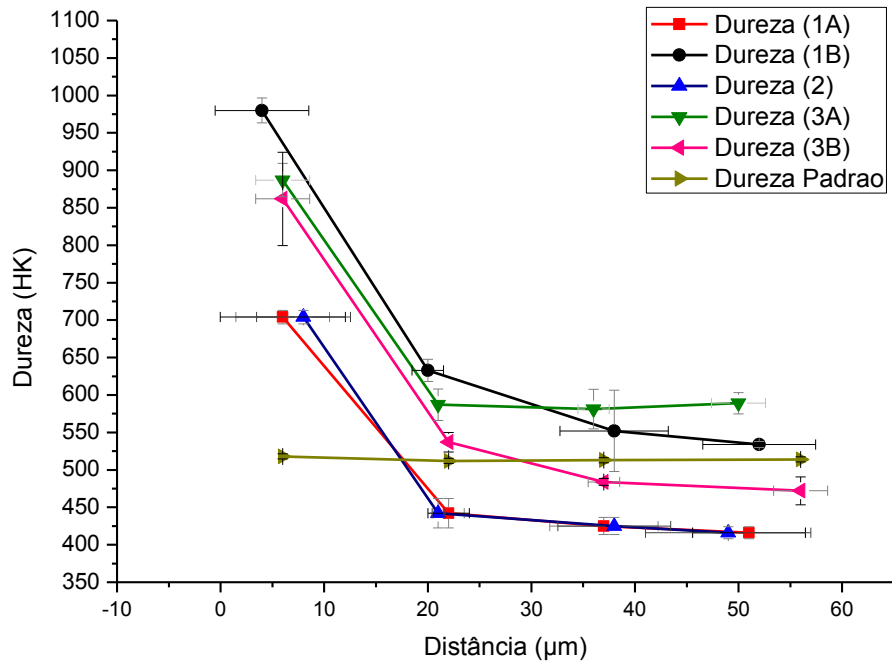


Figura 33: Perfil de Dureza (HK) do aço ASTM 420F após as nitretações em comparação com o padrão temperado e revenido.

Dentre as condições de nitretação, pode ser destacado a condição 1B pelos maiores resultados de dureza, apresentando dureza superficial 2 vezes maior do que o padrão, ao passo que as demais, em média, foram 1,7 vezes superiores.

Diante dessas análises, os resultados mais atrativos foram os revelados entre as condições 1B e 3A. As temperaturas mais baixas e tempos menores possivelmente terão menor custo para indústria, por isso, podem ser mais interessantes em se trabalhar.

O tópico a seguir direcionará qual das condições de nitretações estudadas, terá destaque para a aplicação industrial. Esta condição deve apresentar: profundidade adequada de camada superficial de α_N , dureza satisfatória e um bom comportamento sob corrosão, e este último, é um dos itens fundamentais e decisivos para a escolha da condição de nitretação mais adequada a ser aplicada no processo industrial de produção de uma broca cirúrgica.

4.3 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO MATERIAL

Para avaliação de resistência à corrosão foram realizados ensaios de Umidade Saturada e Névoa Salina sob as brocas nitretadas (Descrição detalhada dos ensaios no Capítulo 3).

Os ensaios foram realizados pelo LACTEC, onde foram efetuados inspeções com registros em 2, 4, 6, 8, 24 e 48 horas para Umidade Saturada e 2, 4, 6, 8 e 24 horas para ensaios de Névoa Salina.

No início a inspeção ocorre a cada 2 horas, pois nas primeiras horas podem ocorrer às mudanças mais significativas na broca e não se pode perder quando se inicia o processo de corrosão.

A partir de 8 horas, se houver a corrosão, passa a não ser tão rápida a cada 2 horas, por isso pode ser elevado o tempo de inspeção para 12 horas e a partir de 24 horas os resultados começam a ser conclusivos.

Nas tabelas 14 a 28 se tem os resultados das inspeções para as condições de nitretação para o ensaio de Umidade Saturada. E nas tabelas 30 a 32 as inspeções das brocas após o ensaio de Névoa Salina.

A amostra padrão de broca de comparação para os ensaios é uma amostra testada no padrão de comercialização. Os pontos de corrosão mais relevantes foram marcados por uma seta.

- Comparação do ensaio de Umidade Saturada 100% a 40°C:

Tabela 14: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **1A** com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio:

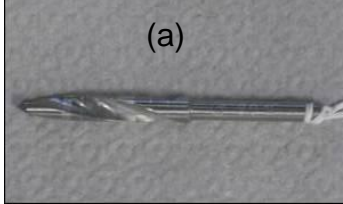
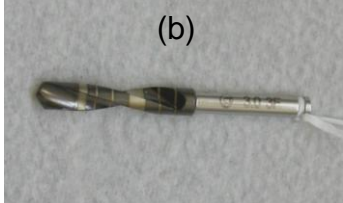



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 1A	Amostra Nitretada: Condição 1AP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 1ADLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 15: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **1B** com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio:

Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 1B	Amostra Nitretada: Condição 1BP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 1BDLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 16: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **2** com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio:

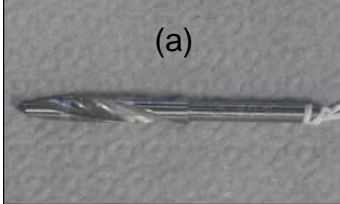
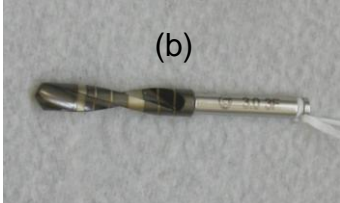



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 17: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **3A** com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio:

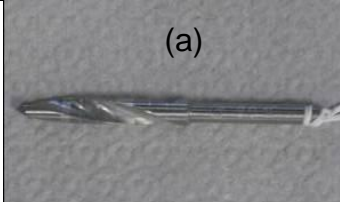
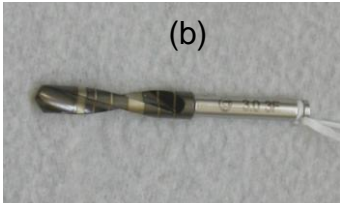



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 3A	Amostra Nitretada: Condição 3AP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 3ADLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 18: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **3B** com suas variações, após 2 e 4 horas de ensaio:

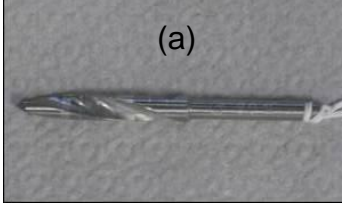
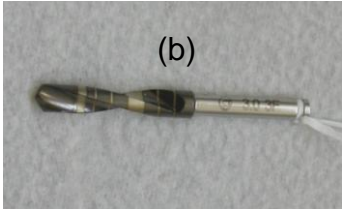



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 3B	Amostra Nitretada: Condição 3BP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 3BDLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 19: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **1A** com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio:

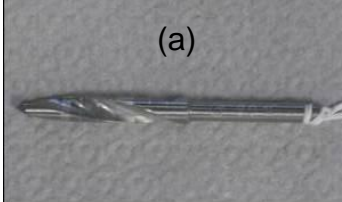
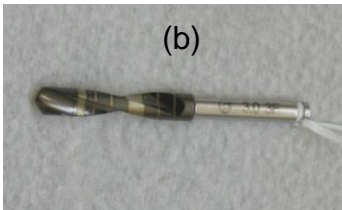



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 1A	Amostra Nitretada: Condição 1AP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 1ADLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 20: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **1B** com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio:

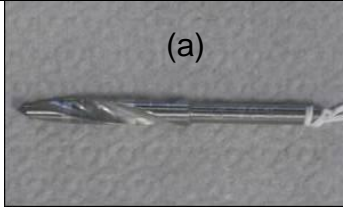
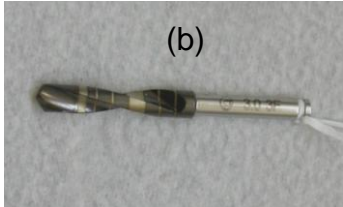



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 1B	Amostra Nitretada: Condição 1BP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 1BDLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 21: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **2** com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio:

Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 22: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **3A** com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio:

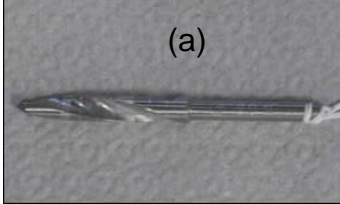
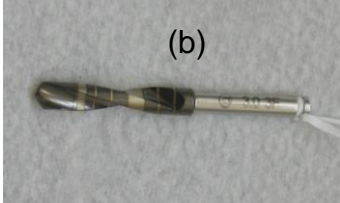



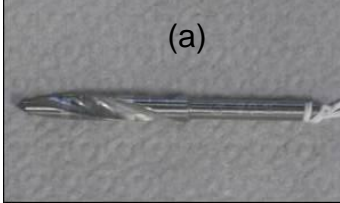
Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 3A	Amostra Nitretada: Condição 3AP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 3ADLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 23: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **3B** com suas variações, após 6 e 8 horas de ensaio:

Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 3B	Amostra Nitretada: Condição 3BP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 3BDLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Diante dos resultados apresentados, podem ser considerados menos satisfatórios os parâmetros que apresentaram pontos de corrosão em 8 horas, pois comparando as amostras, com o padrão, o mesmo é isento de corrosão em até 48 horas. Por tanto, para seguir a avaliação de resistência à corrosão, serão considerados apenas as condições que tiveram as melhores respostas a esse ensaio de Umidade saturada. Ou seja, condições 1B, 2 e 3A.

Dentre as condições, 1B, 2 e 3A, uma deverá ter melhor resistência e se destacar ou equiparar com a condição da amostra padrão escolhida. E para a análise de Névoa Salina, apenas a condição que for mais resistente à corrosão na atmosfera úmida saturada, ou seja, ter melhor resistência em 48 horas de ensaio é a que será discutida no tópico de Névoa Salina.

Tabela 24: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **1B** com suas variações, após 24 horas de ensaio:

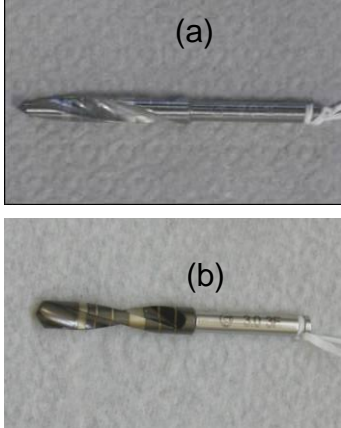



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 1B	Amostra Nitretada: Condição 1BP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 1BDLC Passivada e com revestimento DLC
			

Tabela 25: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 24 horas de ensaio:

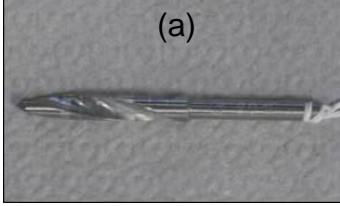
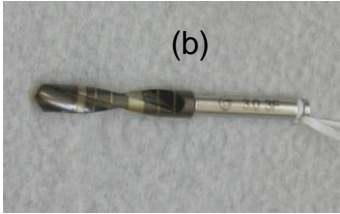



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 26: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 3A com suas variações, após 24 horas de ensaio:

Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 3A	Amostra Nitretada: Condição 3AP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 3ADLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 27: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **1B** com suas variações, após 48 horas de ensaio:

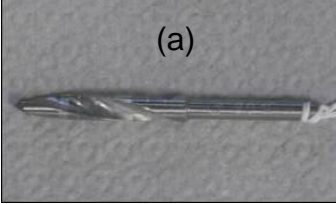
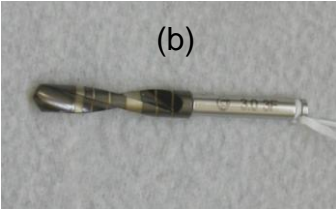



Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 1B	Amostra Nitretada: Condição 1BP Passivada	Amostra Nitretada: Condição 1BDLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 28: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição **2** com suas variações, após 48 horas de ensaio:

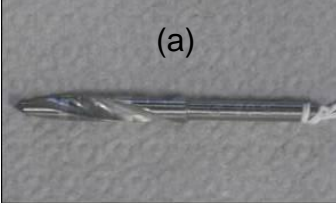
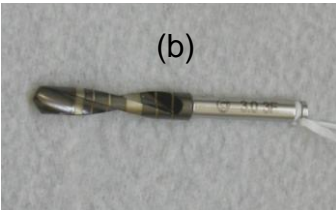
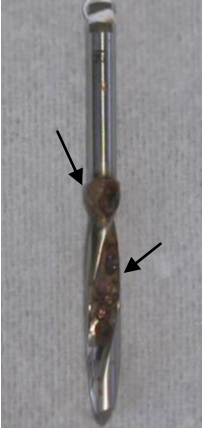
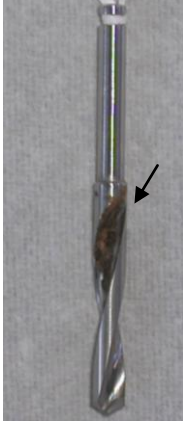

Amostra Padrão: Sem nitretação (a) sem DLC (b) com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
 <p>(a)</p>  <p>(b)</p>			

Tabela 29: Classificação da resistência à corrosão dos resultados obtidos a partir das inspeções realizadas no ensaio de Umidade Saturada, 100% a 40°C.

Tempo de ensaio de Umidade Saturada	Amostra	Conceito		
		Nitretada	Nitretada com passivação	Nitretada com passivação e DLC
2 e 4 horas	1A	B	B	B
	1B	A	A	A
	2	B	A	A
	3A	A	A	A
	3B	B	B	A
6 e 8 horas	1A	C	C	B
	1B	A	A	A
	2	B	B	A
	3A	B	B	A
	3B	C	C	A
24 horas	1A	D	D	D
	1B	B	A	B
	2	C	B	A
	3A	B	B	B
	3B	D	D	D
48 horas	1A	D	D	D
	1B	B	A	C
	2	D	D	A
	3A	D	D	D
	3B	D	D	D

➤ Comparação do ensaio de Névoa Salina:

Esse ensaio é um ensaio muito agressivo, serve para avaliar a resistência do material em um ambiente de condição extrema, dificilmente uma broca, será submetida a esse ambiente, porém tem grande importância a sua realização, onde o foco é verificar a qualidade do material e definir qual processo mais adequado para retardar a corrosão.

O material base não resiste mais de 2 horas neste ensaio, mas pode-se comparar dentre as melhores condições de nitretação, a que se destaque em 2 horas, para que seja possível realizar a comparação da resistência em relação ao padrão. Incluindo também a verificação do efeito da corrosão na broca com tratamento duplex nessa condição de atmosfera.

A Norma ASTM B 117 (2009), diz que o ideal para um aço inoxidável é resistir 24 horas sob as condições deste ensaio, isto não é possível para os aços inoxidáveis martensíticos da série 420. Esses materiais, cuja aplicação, exige um material com resistência à corrosão, porém com boa resistência mecânica, não resiste ambientes tão agressivos. Inclusive, para brocas em específico, a geometria da peça desfavorece um excelente comportamento à corrosão. Por esses fatores, tiveram de ser criados critérios e conceitos para avaliar todas as condições e as respostas do material em cada ensaio realizado.

Conforme mencionado, a seguir tem-se a comparação do material base com o parâmetro de nitretação 2, e suas variáveis na condição ambiente salino.

Segue as tabelas 30 a 32 com o resultados das inspeções.

Tabela 30: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 2 horas de ensaio:





Amostra Padrão: com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
			

Tabela 31: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 4 e 8 horas de ensaio:





Amostra Padrão: com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
			

Tabela 32: Comparação da amostra padrão (sem nitretação) com a Nitretada na condição 2 com suas variações, após 24 horas de ensaio:





Amostra Padrão: com DLC	Amostra Nitretada: Condição: 2	Amostra Nitretada: Condição 2P Passivada	Amostra Nitretada: Condição 2DLC Passivada e com revestimento DLC
			

Tabela 33: Classificação da resistência à corrosão dos resultados obtidos a partir das inspeções realizadas no ensaio de Névoa Salina.

Tempo de ensaio em Névoa Salina	Amostra	Conceito		
		Nitretada	Nitretada com passivação	Nitretada com passivação e DLC
2 horas	2	B	B	B
	PADRÃO	C (sem nitretação)		
4 e 8 horas	2	C	B	B
	PADRÃO	C (sem nitretação)		
24 horas	2	D	D	D
	PADRÃO	D (sem nitretação)		

Conforme esperado, para esse ensaio a condição 2, que melhor apresentou resistência à corrosão em umidade saturada, teve um comportamento equivalente ao material padrão nesse ensaio de névoa salina. E a condição tem melhor resistência à corrosão precisa ser nitretada, passivada e receber DLC.

Capítulo 5:

CONCLUSÕES

Neste capítulo estão descritas as conclusões deste trabalho:

- A nitretação a baixas temperaturas resultam no aumento significativo da dureza superficial do material.
- Em relação à amostra padrão, todas as condições de nitretação proporcionaram a obtenção de durezas maiores na superfície.
- O aumento de dureza na superfície se deve ao fato da presença de martensita expandida α_N ;
- A condição de maior dureza superficial de topo foi a 1B (1108 HV), e as condições com durezas intermediárias 3A (971 HV) e a 2 (894 HV). E suas camadas foram de 12, 13 e 8 μm de profundidade, respectivamente.
- As condições de nitretação que apresentaram maior dureza em relação a amostra sem nitretação, foram as condições 1B e 1A. E apresentaram

durezas elevadas da superfície até 60 μm de profundidade em direção ao núcleo.

- A condição 2 teve conceito **A** de resistência à corrosão (isenta de corrosão) em Umidade Saturada após 24 horas e conceito D para o ensaio de névoa salina.

5.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a resistência ao desgaste na camada duplex.
- Verificar a eficiência da adesão do revestimento (DLC) na condição 2 de nitretação, e comparar com o material padrão com revestimento (DLC).
- Realizar ensaios em campo para verificação da vida útil da broca cirúrgica na condição de nitretação 2.
- Estudos mais detalhados, por DRX, sobre as novas fases e estruturas cristalinas formadas em todas as condições de nitretação.

REFERÊNCIAS

ABIMO. *Dados econômicos*. Disponível em: <<http://www.abimo.org.br>>. Acesso em: 26 de Outubro de 2011.

ABNT ISO 17665-1; **Esterilização de produtos para saúde – Vapor Parte 1: Requisitos para desenvolvimento, validação e controle de rotina nos processos de esterilização de produtos para saúde**, 2010.

ALVES, J.; **Nitretação a plasma – fundamentos e aplicações**, ABM – Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1ª.ed., 2003.

AMERICAN SOCIETY OF METALS. Engineering Surface. In: Metals Handbook, vol. 4, 1992.

AMERICAN SOCIETY OF METALS. Engineering Surface. in: Metals Handbook, vol.13, 1992.

AMERICAN SOCIETY OF METALS. Engineering Surface. In: Metals Handbook, vol. 5, p. 2535, 1994.

AMERICAN SOCIETY OF METALS. Engineering Surface. In: Metals Handbook, v.13A, 2003.

ASTM D2247-02; **Standard Practice for Testing Water Resistance of coatings in 100% Relative Humidity**, United States, 2002.

ASTM F899-09; **Standard Specification for Stainless Steel for Surgical instruments**; 2009.

ASTM B 117-09; **Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus**, United States, 2009.

BABA, H; KODAMA, T; KATADA, Y.; **Corrosion**; Science; 44; 2002; p. 2393.

BORGES, P.C; ROCHA L.A; **Solution heat treatment of plasma nitrided 15-5PH stainless steel. Part. 1 Improvement of the corrosion resistance**, Portugal, University of Minho, Kovove Mater, 2010.

BRANEMARK P-I, HANSSON BO, ADELL R, BREINE U, LINDSTROM J, HALLÉN & OHMAN A. **Osseointegrated implants in the treatment of the**

edentulous jaw. Experience from a 10-year period. Scand. J. Plast. Reconst. Surg. 1977, 11, Suppl.16:

BRASIMET E BODYCOTE. Catálogo de Especificações técnicas, 2009.

CARPENTER. Technical Datasheet, 1986.

CHAPMAN, B. Glow Discharge Processes. Ed. John Wiley & Sons, New York – EUA, 1980.

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos.** ABM – Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 7^a.ed., 2002.

CHIAVERINI, V. **Tratamento Térmico das ligas metálicas.** ABM – Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1^a.ed., 2003.

DOBZANSKI, L.A.; BRYTAN, Z.; GRANDE, M. A.; ROSSO, M.; PALLAVICINI, E. J.; **Properties of vacuum sintered duplex stainless steels,** Gliwince Poland, Institute of Engineering Materials and Biomaterials, Silesian University of Technology, Materials Processing Technology, 2008.

ENDENHOFER, B. Physical and metallurgical aspects of nitriding – Part 2. **Heat Treatment of Metals,** vol. 2, p. 59-67, 1974.

GARZON, C.M.; TSCHIPTSCHIN, A.P.; **Nitreção gasosa em alta Temperatura de Aços Inoxidáveis,** Brasil; Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Revista Matéria; 2005.

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

GAVRILJUK, V.G.; TYSHCHENKO, A.I.; SHANINA, B.D.; RAZUMOV, O.N.; PETROV, Yu N.; BERNS, H.; **Corrosion-resistant analogue of Hadfield steel,** Germany; Institute for Semiconductors Physics; Materials Science Engineering A; 2006.

GAVRILJUK, V.G.; SHANINA, B.D.; BERNS, H.; **A physical concept for alloying steels with carbon + nitrogen,** Germany; Institut für Werkstoffe Universitätsstr; Materials Science Engineering A; 2008.

GENTIL, V. **Corrosão**. LTC – Livros técnicos e Científicos Editora SA; Rio de Janeiro, 4^a.ed., 2003.

GIL, L.; BRÜHL, S.; JIMÉNEZ, L.; LEON, O.; **Corrosion performance of the plasma nitrated 316L stainless steel**, Argentina; Facultad Regional Concepción del Uruguay; Surface and Coatings Technology; 2006.

GIORDANI, Enrico Jose; FERREIRA, Itamar; BALANCIN, O.; **Corrosion Resistance of Two Austenitic Stainless Steel Biomaterials**, 08/2005, Brazilian Journal of Morphological Sciences, Vol. Supple, pp.1-2, Sao Paulo, SP, Brasil, 2005.

GOLIN, A.; **Análise do comportamento de ferramentas de corte com diferentes revestimentos e seu efeito sobre a geração de calor no osso**; Brasil; Pontifícia Universidade Católica do Paraná PUCPR; Programa de pós graduação em engenharia mecânica e de materiais; 2005.

GRAJALES, D; **Propriedades mecânicas e de superfície de aços inoxidáveis martensíticos de alto nitrogênio**. São Paulo, 2001.

ITAL, T.; **Processo de enriquecimento de nitrogênio e seu efeito na microestrutura e dureza do aço inoxidável 15-5PH**, Brasil; Universidade Tecnológica Federal do Paraná UTFPR; Programa de pós graduação em engenharia mecânica e de materiais, PPGEM; 2008.

KIM, S.; YOO, J.; PRIEST, J.; FEWELL, M.; **Characteristics of martensitic stainless steel nitrated in a low-pressure RF plasma**, Surface and Coatings Technology; 2003.

LIPPOLD C. J.; DAMIAN K. J.; **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels**. Canada. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken. 2005.

LEE, J.H.; PARK, J.W.; SOHN, C.W.; KIL, J.K.; **Studies of N-ion-implanted stainless steels oriented for industrial applications**, Republic of Korea; Korea Atomic energy Research Institute; Surface and Coatings Technology; 2004.

LEKHOLM, U.; ZARB, G.A. Patient selection and preparations. In BRANEMARK, P.I.; (Ed.) ZARB, G.A. (Ed.); ALBREKTSSON, T. (Ed.). Tissue

integrated prostheses: osseointegration in clinical dentistry. Chicago : Quintessence, 1985. Cap. 5, p199-209.

LONGO, L., *Neodent: Um sucesso brasileiro que atravessa fronteiras*. ImplantNews. V.3, nº 4, GTA, julho-agosto, 2006, p. 410.

MALISKA, A.M. **Influência de Elementos de Liga e do Oxigênio no Processo de Nitretação por Plasma em Aços Sinterizados**. 1995. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC.

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

MILOŠEV, I. STREHBLOW, H. H.; **Electrochim**, Acta; 48; 2003, p. 2767.)

NEODENT; *Catálogo de Produtos Odontológicos da Neodent*. Ed. Curitiba, 2008, 136 p.

NEODENT. (2009, setembro). Instruções de uso das Brocas Helicoidais.

PADOVAN, L. E., Sartori, I. A., Thomé, G., & Melo, A. C. (2008). **Carga imediata e Implantes Osseointegrados – Possibilidades e Técnicas**, 1ª Edição. São Paulo: Santos.

PANOSSIAN, Z.; **Corrosão e proteção contra corrosão em equipamentos e estruturas metálicas**, 1ª Edição. São Paulo: Instituto de pesquisas tecnológicas, p 162-209, 1993.

RECCO, A.; **Estudo da obtenção e das propriedades dos filmes de TiN e TiC depositados sobre aços ferramentas AISI H13 e D2 nitretados e não nitretados**, Brasil; Escola Politécnica da Universidade de São Paulo; Departamento de Engenharia Metalúrgica e de materiais; 2008.

REIS, R.; **Elevação do teor superficial do nitrogênio no aço austenítico ISO 5832-1**, Brasil; Universidade Tecnológica Federal do Paraná UTFPR; Programa de pós graduação em engenharia elétrica e informática industrial, CPGEI; 2007.

REIS R. F.; MALISKA A.M.; BORGES; **Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1**, Brazil, Federal University of technology, Journal of Material Science, 2010.

RIBEIRO A. I., *Coluna Implantológica n°170 e 171*. Disponível em: <<http://www.odontex.com.br/colunas>>. Acesso em: 08 de setembro de 2010.

ROSSI, R.; *Números do segmento mostram a força da implantodontia*. ImplantNews. V8, n° 1a. GTA, janeiro 2011, p. 8.

ROTHNIK, U; TANDLER, M; VEHOVAR, A; VEHOVAR, L; **Brake operation of interstitially dissolved nitrogen on the corrosion of austenitic stainless steel**; Kovové Mater., 41, 2003, p. 213-222.

SANDINOX BIOMETALS. Especificações técnicas e Manual de Referências, 2008.

SCHEUER, C.; **Cementação a baixa temperatura do aço inoxidável martensítico AISI assistida por plasma**, Brasil; Universidade Tecnológica Federal do Paraná UTFPR; Programa de pós graduação em engenharia mecânica na área materiais e fabricação, 2011.

SHORT, K. T.; ZANG, Z.; FINNIE, K.; COLLINGS, G.A.; FIGUEROA, C.A.; **A new duplex process for corrosion protection by PI^3** , Australia and Caxias do Sul-RS; Australian Nuclear Science and Technology Organization and Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade de Caxias do Sul; Science Direct; 2008.

SEDRIKS, J.A.; **Corrosion of Stainless Steels**. Library of congress Cataloging in Publication Data; New York, 2^a.ed.,1996.

SIEVERTS, A. Die absorption Von stickstoff durch eisen. **Z Phys Chem**, vols. 299-313, v 155, 1931, Apub, ITAL, 2008.

SIMMONS, J W. Overview: High-nitrogen alloying of stainless steels. **Materials Science and Engineering**, v.207, p159-169, 2006.

SOZINOV, A.L.;BALANYUK, A.G.; GAVRILJUK, V.G.; **N-N interaction and nitrogen activity in the iron base austenite**, Ukraine; Institute for Metals physics; Pregamon; 1998.

SUNG, J. H; KONG, J.H; YOO, D.K; ON, H,Y; LEE, D.J; LEE H.W; **Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high-temperature gas nitriding and tempering heat treatment**, Republic of Korea; Department of Materials Science and engineering, Dong A University, 2008.

THOMÉ G.; BERNARDES S.; SARTORI I.; **Uso de Implantes curtos: decisão baseada em evidências científicas**; Notícia & Ciência; Curitiba, Paraná, p2-4; 13/05/2009.

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 and Coatings Technology; 2008.