

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE-FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**NITRETAÇÃO GASOSA COM CICLO LONGO APLICADA
EM AÇOS BAIXA LIGA**
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

WILLIAM AMORIM LUZ

RIO GRANDE, RS
2023

WILLIAM AMORIM LUZ

**NITRETAÇÃO GASOSA COM CICLO LONGO APLICADA
EM AÇOS BAIXA LIGA**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande-FURG como requisito para obtenção do título de “Mestre em Engenharia Mecânica” – Área de Concentração: Engenharia de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Jorge Braz Medeiros

RIO GRANDE, RS

2023

Ficha Catalográfica

L979n Luz, William Amorim.

Nitretação gasosa com ciclo longo aplicada em aços baixa liga /
William Amorim Luz. – 2023.

65 f.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande –
FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rio
Grande/RS, 2023.

Orientador: Dr. Jorge Braz Medeiros.

1. Nitretação gasosa 2. Aços baixa liga 3. Ciclo longo I. Medeiros,
Jorge Braz II. Título.

CDU 669.15

Catálogo na Fonte: Bibliotecária Vanessa Ceiglinski Nunes CRB 10/2174



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPMec



Ata nº 8/2023 da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos vinte e sete dias do mês de junho de dois mil e vinte e três, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, às dez horas e trinta minutos, online via web conferência, a que se submeteu o mestrando **William Amorim Luz**, nacionalidade brasileira, dissertação ligada a Linha de Pesquisa Engenharia de soldagem e materiais, com o seguinte título: **NITRETAÇÃO GASOSA COM CICLO LONGO APLICADA EM AÇOS BAIXA LIGA**. Referendada pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores: Jorge Luis Braz Medeiros, Luciano Volcanoglo Biehl e o convidado José de Souza sob a presidência do Professor Jorge Luis Braz Medeiros. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

1. Jorge Luis Braz Medeiros: Aprovado.
2. Luciano Volcanoglo Biehl: Aprovado.
3. José de Souza: Aprovado.

Foi concedido um prazo de 30 dias para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e vai assinada pelos membros da Comissão.

Assinaturas:

Documento assinado digitalmente
JORGE LUIS BRAZ MEDEIROS
Data: 28/06/2023 14:08:07-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

1. _____
CPF: 588.871.210-87

Documento assinado digitalmente
LUCIANO VOLCANOGLO BIEHL
Data: 28/06/2023 17:38:27-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

2. _____
CPF: 575.195.100-00

Documento assinado digitalmente
JOSE DE SOUZA
Data: 28/06/2023 15:18:04-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

3. _____
CPF: 914.626.140-00

Documento assinado digitalmente
WILLIAM AMORIM LUZ
Data: 28/06/2023 15:54:33-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

William Amorim Luz: _____

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho:

À Deus

À minha família

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço aos meus pais, Cleusa e Claudemir, por todo o suporte e incentivo.

Agradeço à minha esposa Loraine, minha fonte de inspiração. Teu amor, amizade e compreensão são e sempre serão fundamentais.

Aos meus filhos, Henrique, Vicente e Otávio, que são minha alegria e motivação.

Agradeço ao meu orientador e amigo Jorge Braz, por toda a força e confiança durante a condução deste trabalho.

Agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da FURG e também ao professor Luciano Biehl, pela dedicação na coordenação do mestrado e pelo apoio.

Agradeço à FURG e ao IFRS - Campus Rio Grande (antigo CTI), por me fornecerem toda a base técnica necessária.

Por fim, agradeço aos meus amigos, irmãs, sogros e demais familiares, além dos colegas de mestrado por colaborarem na realização deste trabalho, de forma direta e indireta.

RESUMO

Os aços de baixa liga são conhecidos por aumentar a temperabilidade do substrato através do deslocamento do diagrama TTT (Tempo-Temperatura-Transformação), resultante da adição de elementos de liga. Esses elementos, como o cromo (Cr), molibdênio (Mo), vanádio (V) e alumínio (Al), são capazes de formar nitretos e carbonetos. A engenharia de superfície é utilizada em aplicações onde as propriedades do substrato e da superfície são limitadas devido à composição química dos aços. Um dos processos utilizados para melhorar a dureza superficial, reduzir o coeficiente de atrito e aumentar a resistência à corrosão é a nitretação. No estudo mencionado, amostras de aço SAE 4140 foram nitretadas em uma atmosfera de amônia craqueada por um longo período (96 horas). Os resultados mostraram uma profundidade significativa das camadas de compostos e de difusão. Houve um aumento significativo na microdureza superficial e a presença de uma camada de compostos polifásica ϵ e γ' . Concluiu-se que a nitretação gasosa com tempos prolongados é uma opção viável para aços de baixa liga em aplicações de engenharia de superfície. Esse processo não apenas aumenta a resistência à fadiga dos aços devido à difusão e à formação de tensões compressivas na superfície, mas também melhora outras propriedades, como a dureza e a resistência à corrosão.

Palavras-chave: Nitretação gasosa, aços baixa liga, ciclo longo

ABSTRACT

Low alloy steels are known to increase the hardenability of the substrate, through the displacement of the TTT (Time-Temperature-Transformation) diagram, resulting from the addition of alloying elements. These elements, such as chromium (Cr), molybdenum (Mo), vanadium (V) and aluminum (Al), are capable of forming nitrides and carbides. Surface engineering is used in applications where substrate and surface properties are limited due to the chemical composition of the steels. One of the processes used to improve surface hardness, reduce the friction coefficient and increase corrosion resistance is nitriding. In the aforementioned study, SAE 4140 steel samples were nitrided in a cracked ammonia atmosphere for a long period (96 hours). The results showed a significant depth in the composite layers and diffusion layers. There was a significant increase in surface microhardness and the presence of the polyphasic compound layer ϵ and γ' . It was concluded that gas nitriding with extended times is a viable option for low alloy steels in surface engineering applications. This process not only increases the fatigue strength of steels due to diffusion and the formation of compressive stresses on the surface, but also improves other properties such as hardness and corrosion resistance.

Keywords: Gas nitriding, low alloy steels, long cycle

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Influência do tempo de nitretação a gás sobre a espessura da camada nitretada.	23
Figura 2 – Dissociação da amônia e captação de nitrogênio no aço durante a nitretação a gás.	24
Figura 3 – Reações de nitretação na superfície e subsuperfície.	25
Figura 4 – Demonstração da camada nitretada.	26
Figura 5 – Demonstração da camada nitretada pelo processo de nitretação gasosa.	27
Figura 6 – Rede de nitretos na camada de difusão.	30
Figura 7 – Efeito dos elementos de liga na dureza da camada nitretada.	34
Figura 8 – Efeito dos elementos de liga na profundidade da camada nitretada.	35
Figura 9 – Efeito da profundidade relativa da camada nitretada em relação a fadiga.	40
Figura 10 – Fluxograma metodológico.	42
Figura 11 – Formato das amostras, após preparação metalográfica.	45
Figura 12 – Microestrutura da Amostra A – Camada de compostos e de difusão.	49
Figura 13 – Microestrutura da Amostra B – Camada de compostos e de difusão.	51
Figura 14 – Microestrutura da Amostra C – Camada de compostos e de difusão.	52
Figura 15 – Perfil de microdureza das amostras.	54
Figura 16 – Espectro de difração de raios X (DRX) das amostras nitretadas. .	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Microdureza $HV_{0,3}$ das amostras.....	53
---	----

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Reação da amônia em nitrogênio	24
--	----

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

AISI	American Iron and Steel Institute
ARBL	Aços de alta resistência e baixa liga
ASTM	American Society for Testing and Materials
CEME-SUL	Centro de Microscopia Eletrônica de Varredura
CFC	Estrutura Cúbica de Corpo Centrado
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva
HV	Microdureza Vickers
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Óptica
SAE	Society of Automotive Engineers
TCC	Estrutura Tetragonal de Corpo Centrado
TTT	Tempo-Temperatura-Transformação
α	Ferrita
α''	Nitreto de Ferro, tipo Fe_{16}N_2
ϵ	Nitreto de Ferro, tipo Fe_{2-3}N
γ'	Nitreto de Ferro, tipo Fe_4N

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS.....	17
2.1 Objetivos Específicos.....	17
3. ESTADO DA ARTE	18
3.1 Tratamentos Termoquímicos	18
3.2 Nitretação e seus Processamentos.....	20
3.2.1 Nitretação Líquida e seu Comportamento.....	21
3.2.2 Nitretação a Plasma e sua Evolução.....	22
3.2.3 Nitretação Gasosa com Ciclos Longos	23
3.3 Camadas Nitretadas e Potencial de Nitrogênio	26
3.3.1 Camada de Compostos	28
3.3.2 Camada de Difusão	29
3.4 Aços e suas Composições Químicas.....	31
3.4.1 Aços Baixa Liga	32
3.4.2 Elementos Formadores de Nitretos nos Aços	32
3.4.3 Cinética de Difusão do Nitrogênio nos Aços	36
3.5 Austenita e Martensita Expandida na Nitretação	37
3.5.1 Austenita Expandida	37
3.5.2 Martensita Expandida	38
3.6 Resistência à Fadiga de Aços Nitretados	39
3.7 Resistência à Corrosão dos Aços Nitretados.....	41
4. MATERIAIS E MÉTODOS	42
4.1 Materiais	43
4.2 Tratamento de Nitretação Gasosa	43
4.3 Técnicas para Análise Microestrutural	43
4.3.1 Análise Microestrutural.....	44
4.3.2 Microscopia Óptica (MO)	45
4.3.3 Medição de Microdureza.....	45
4.3.4 Difração de Raios X (DRX)	46
5. ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	47
5.1 Análise Microestrutural.....	47
5.2 Perfil de Microdureza	53
5.3 Difração de Raios X (DRX)	55

6. CONCLUSÕES	57
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	58
8. REFERÊNCIAS.....	59
8.1 Referências Nominais	59
8.2 Referências por Estrato	63
8.3 Referências por Qualis.....	64
8.4 Referências por Data dos Artigos	65

1. INTRODUÇÃO

A nitretação a gás é um tratamento termoquímico que introduz nitrogênio na superfície do aço.

Esse processo promove a alteração das propriedades dos materiais, trazendo benefícios, tais como: aumento da dureza superficial, da resistência ao desgaste, da vida em fadiga e da resistência à corrosão (ALMEIDA, MILAN & COSTA, 2015).

Com base nisso, existem na indústria diversas ferramentas e equipamentos em aço que estão expostos a ambientes e fatores que comprometem o seu comportamento mecânico, por isso, a aplicação do processo de nitretação é uma alternativa para melhora de suas propriedades mecânicas e metalúrgicas (ALMEIDA, MILAN & COSTA, 2015).

Os aços baixa liga se caracterizam por apresentarem na sua composição química elementos que tem elevada afinidade na formação de nitretos e carbonitretos, como Cr, Al, V e Mo. Esta condição favorece o processo de difusão subcrítica que ocorre nas etapas de nitretação gasosa (DIEHL, 2017).

Geralmente, os ciclos de nitretação gasosa aplicados podem ser divididos em dois principais tipos, sendo um curto na faixa de 16 horas e outro longo com até 96 horas.

A cinética de difusão do processo de nitretação apresenta variações no início dos ciclos e após a saturação de nitrogênio superficial, sendo sua compressão de elevada relevância para diferentes aplicações.

Nas últimas décadas, estudos da aplicação de nitretação à plasma tem apresentado avanços significativos, porém nos ciclos gasosos ainda existem lacunas importantes a serem estudadas.

Na nitretação a gás, temas com respeito ao comportamento das camadas de compostos e de difusão, bem como seus efeitos nas propriedades mecânicas e metalúrgicas dos aços, ainda necessitam de maior exploração, para um melhor entendimento e progresso.

Desta forma, justifica-se a realização de pesquisas científicas que possam associar a composição química dos aços baixa liga e o comportamento deles em condições de ciclos longos de nitretação gasosa a partir da amônia craqueada.

2. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho será de analisar e comparar as propriedades metalúrgicas e mecânicas dos aços baixa liga SAE 4140 submetidos a uma atmosfera rica em nitrogênio, após a aplicação do tratamento de nitretação gasosa com ciclo longo de 96 horas.

2.1 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos podem ser observados a seguir:

- Analisar a microestrutura das amostras nitretadas;
- Determinar a morfologia das camadas de compostos e difusão;
- Analisar o efeito da nitretação no perfil de microdureza;
- Determinar os tipos de nitretos e carbonitretos formados.

3. ESTADO DA ARTE

Neste capítulo serão apresentados a revisão bibliográfica dos assuntos desta dissertação.

Inicialmente foram feitas abordagens sobre o tratamento termoquímico de nitretação gasosa em comparação aos demais processos de nitretação.

Posteriormente, foi realizada uma revisão sobre aços a serem estudados, bem como a apresentação de suas características após a aplicação do processo de nitretação.

3.1 Tratamentos Termoquímicos

Assim como os tratamentos térmicos são aplicados para que se tenha, em um componente metálico, as propriedades mecânicas almejadas, os tratamentos termoquímicos são utilizados para alterar as propriedades químicas da superfície dos materiais.

Na região da superfície dos aços, é obtido uma melhora considerável das suas propriedades mecânicas, após a aplicação dos tratamentos termoquímicos, em função da difusão do nitrogênio e/ou carbono atômico na superfície do material (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

Muitos desses tratamentos formam fases metaestáveis, as quais são fundamentais para que se tenha o desempenho desejado e contribuindo para melhoras tribológicas (STAINES, 2010).

A alteração da composição química dos aços, assim como a profundidade que o processo atingirá, promovidas pelos tratamentos termoquímicos, dependem da aplicação de calor em um meio apropriado, bem como da temperatura de aquecimento e do tempo de permanência à temperatura de tratamento (BAYOUMI & GHANEM, 2017).

Esse tratamento tem como o objetivo aumentar a microdureza, a resistência a corrosão, a resistência ao desgaste superficiais e a vida em fadiga, mantendo um núcleo relativamente dúctil. Tendo em vista a aquisição de um componente com menor propensão à fratura frágil e de alta dureza superficial.

Os processos mais utilizados nessa área são a cementação, nitrocarbonetação e nitretação, sendo o foco deste trabalho o processo de nitretação a gás.

3.2 Nitretação e seus Processamentos

A nitretação é uma espécie de tratamento termoquímico que consiste em um processo de introdução, até uma certa medida, de nitrogênio no aço.

O tratamento propõe um endurecimento superficial por meio da ação de um ambiente nitrogenado e de uma determinada temperatura. Esse tratamento dá ao aço uma alta dureza superficial, eleva sua resistência ao desgaste e melhora sua resistência à fadiga, à corrosão e ao calor.

É um processo de inserção de nitrogênio na superfície do aço através do aquecimento desse aço a uma temperatura entre 500°C e 700°C e a função desse procedimento é formar uma camada dura de nitretos.

A nitretação causa uma distorção menor e tem menos chances de produzir trincas no material, pois emprega temperaturas menores que a de outros tratamentos termoquímicos.

Esse tratamento, a nitretação, dá ao aço não só uma maior dureza superficial, como também aumenta a resistência à abrasão, fadiga e corrosão, aliada com boa tenacidade e plasticidade (ALMEIDA, MILAN & COSTA, 2015).

A nitretação é um processo muito benéfico, pois melhora as propriedades tribológicas e corrosivas dos materiais metálicos. O propósito dos tratamentos de nitretação empregados a ligas à base de ferro é inserir e difundir o nitrogênio atômico na superfície desses materiais para melhorar a resistência ao desgaste e à corrosão (SKONIESKI et al, 2013).

Nos processos de nitretação é importante realizar a limpeza superficial do material, pois, se ela não é realizada, uma barreira para a difusão do nitrogênio no substrato é formada devido a adsorção e aos contaminantes da superfície da amostra, impactando na eficácia do processo (COSTA, MILAN & ALMEIDA, 2015).

Há três tipos de processos de tratamento de nitretação, conforme exposição abaixo:

- Nitretação líquida ou em banho de sais;
- Nitretação gasosa;
- Nitretação a plasma ou iônica.

A média de temperatura inicialmente utilizada em processos mais comuns de nitretação, líquida e gasosa era de 500°C a 590°C, já com a vinda da nitretação a plasma, a média de temperatura foi modificada variando entre 350°C a 650°C (ROCHA, 2000).

3.2.1 Nitretação Líquida e seu Comportamento

O tratamento de nitretação em banho de sais, também conhecido como nitretação líquida, existe à quase tanto tempo quanto o método original de nitretação gasosa.

No início do processo de nitretação líquida, é fundida uma mistura de dois sais, o cianeto de sódio e o cianeto de potássio. Dessa forma, o banho é oxidado e o cianeto se transforma em cianato, o qual é o responsável por produzir o nitrogênio atômico que vai ser absorvido pelo componente. Todavia, a nitretação por banho de sais sofre grandes restrições devido a sua alta toxidez (TIER, 1998).

Esse processo aplica a mesma proporção de temperatura que a nitretação gasosa, ou seja, entre 500°C e 570°C. Ele é executado a uma temperatura abaixo das de transformação do aço a ser tratado, exatamente o contrário da cementação, além disso, adiciona mais nitrogênio e menos carbono ao aço (JUNIOR, 2001).

Geralmente o uso da nitretação líquida e da nitretação gasosa são parecidos, porém, quando se faz necessário nitretar os aços carbono com uma boa camada de compostos, costuma-se fazer uso da nitretação líquida (JUNIOR, 2001).

3.2.2 Nitretação a Plasma e sua Evolução

A nitretação por plasma é um tratamento termoquímico que altera as particularidades superficiais de um material.

Esse tratamento eleva a dureza da superfície do material através da formação da zona de difusão que ocorre pelo controle das variáveis do tratamento, tais como: temperatura, composição química da atmosfera de trabalho e tempo de tratamento. Um bom exemplo desse processo são os aços ferramenta (PRASS, FONTANA & RECCO, 2017).

A nitretação a plasma utiliza uma descarga luminescente para injetar nitrogênio no material metálico. Para que esse tratamento ocorra, é fundamental que as amostras estejam em um ambiente com vácuo de maneira que os íons de nitrogênio possam ser acelerados, colidindo com a superfície do aço, difundindo-se nele (COSTA, MILAN & ALMEIDA, 2015).

Diferentemente de outros processos de nitretação, a quantidade de nitrogênio oferecida pelo meio para a nitretação não depende imensamente da temperatura (ROCHA, 2000).

Dessa forma, conclui-se que na nitretação a plasma o potencial da atmosfera à baixa pressão é praticamente independente da temperatura, por isso, consegue executar o processo em temperaturas mais baixas, como 350°C (ROCHA, 2000).

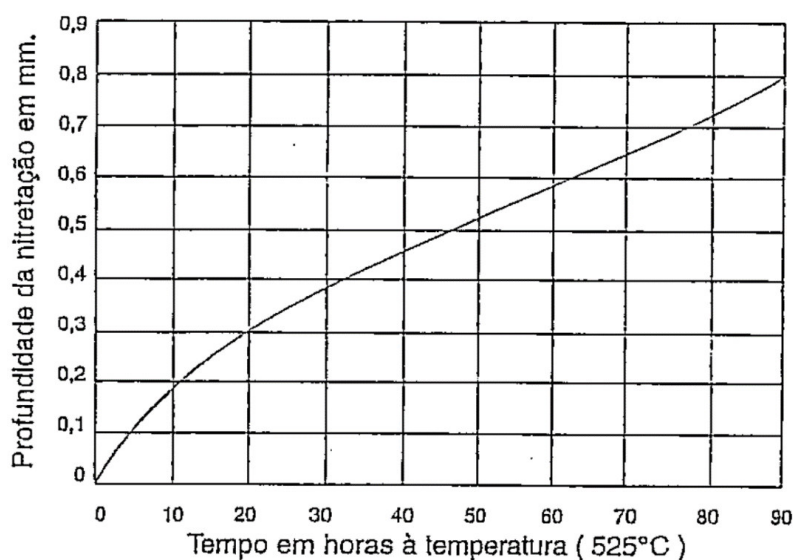
3.2.3 Nitretação Gasosa com Ciclos Longos

O tratamento de nitretação a gás é ocasionada mantendo o metal a uma temperatura apropriada, nela, as amostras de material são sujeitas a uma atmosfera gasosa que possui nitrogênio, sendo a amônia o mais comum (COSTA, MILAN & ALMEIDA, 2015).

Nesse processo, é necessário um forno específico, sendo ele com entradas e saídas de gás no qual seja possível controlar a atmosfera de tratamento (COSTA, MILAN & ALMEIDA, 2015).

A Figura 1 apresenta a influência do tempo de nitretação a gás em relação a profundidade da camada obtida, em um determinado aço carbono, a qual demonstra também que a espessura da camada nitretada dificilmente ultrapassa 0,8mm.

Figura 1 – Influência do tempo de nitretação a gás sobre a espessura da camada nitretada.



Fonte: CHIAVERINI, 1986.

Na nitretação gasosa, utiliza-se uma média de temperatura entre 500°C e 565°C e realiza-se o processo em uma atmosfera de amônia. Obtendo-se essas condições, ocorre a dissociação parcial da amônia na superfície do material, dessa forma, liberando o nitrogênio nascente de acordo com a reação (JUNIOR, 2001).

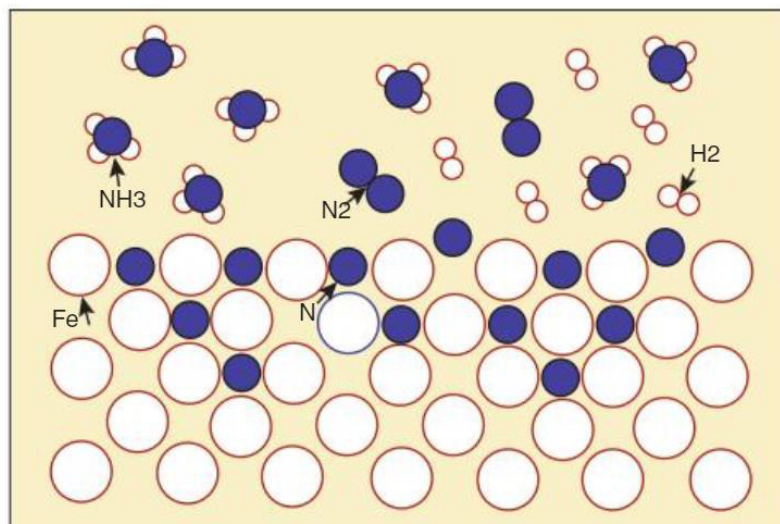
A amônia se divide dando origem ao nitrogênio a partir da reação a seguir (PYE, 2006):



Na superfície dos aços é onde ocorrem as reações que se precisa para que se tenha a equação acima. Assim, os átomos de nitrogênio são liberados na sua forma atômica e esses átomos são adsorvidos pela matriz ferrítica do aço.

Dessa forma, acontece sua dissolução, de acordo com o processo que está representado na Figura 2 (PICCILLI, 2009).

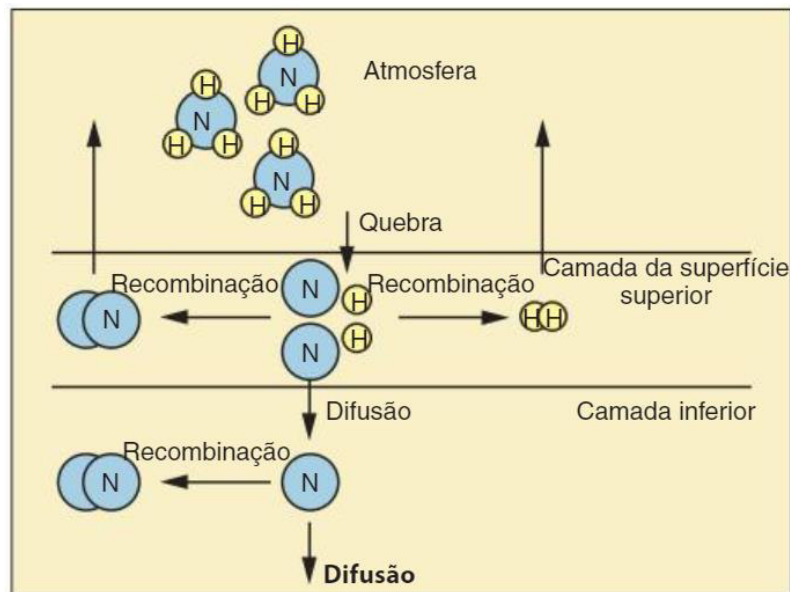
Figura 2 – Dissociação da amônia e captação de nitrogênio no aço durante a nitretação a gás.



Fonte: Adaptado de PYE, 2003.

Portanto, a reação completa, conforme Equação 1, apresenta-se conforme a Figura 3.

Figura 3 – Reações de nitretação na superfície e subsuperfície.



Fonte: Adaptado de DIEHL, 2017.

Medir o fluxo de amônia e determinar a porcentagem da dissociação de nitrogênio são formas de controlar o processo de nitretação gasosa (PYE, 2006).

A porcentagem da dissociação eleva conforme a elevação da temperatura e com a redução do fluxo de amônia no tratamento. Geralmente, nesse processo é coordenado em uma condição favorável para que a dissociação da amônia fique em um intervalo de 15% a 30% (PYE, 2006).

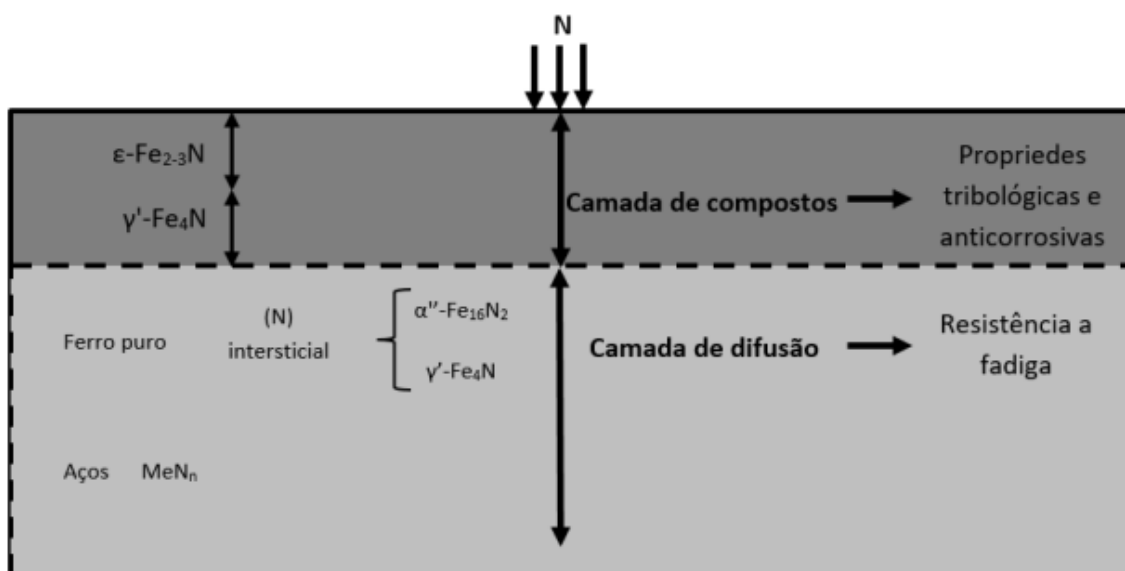
O tratamento de nitretação gasosa provoca uma camada frágil, com elevadas concentrações de nitrogênio, a camada branca, posteriormente há uma zona de difusão dos nitretos. Para diminuir a produção dessa camada branca pode ser realizada uma nitretação gasosa por estágios (JUNIOR, 2001).

3.3 Camadas Nitretadas e Potencial de Nitrogênio

O tratamento de nitretação realiza mudanças na superfície do aço por meio da formação de camadas metalograficamente diferentes da microestrutura original.

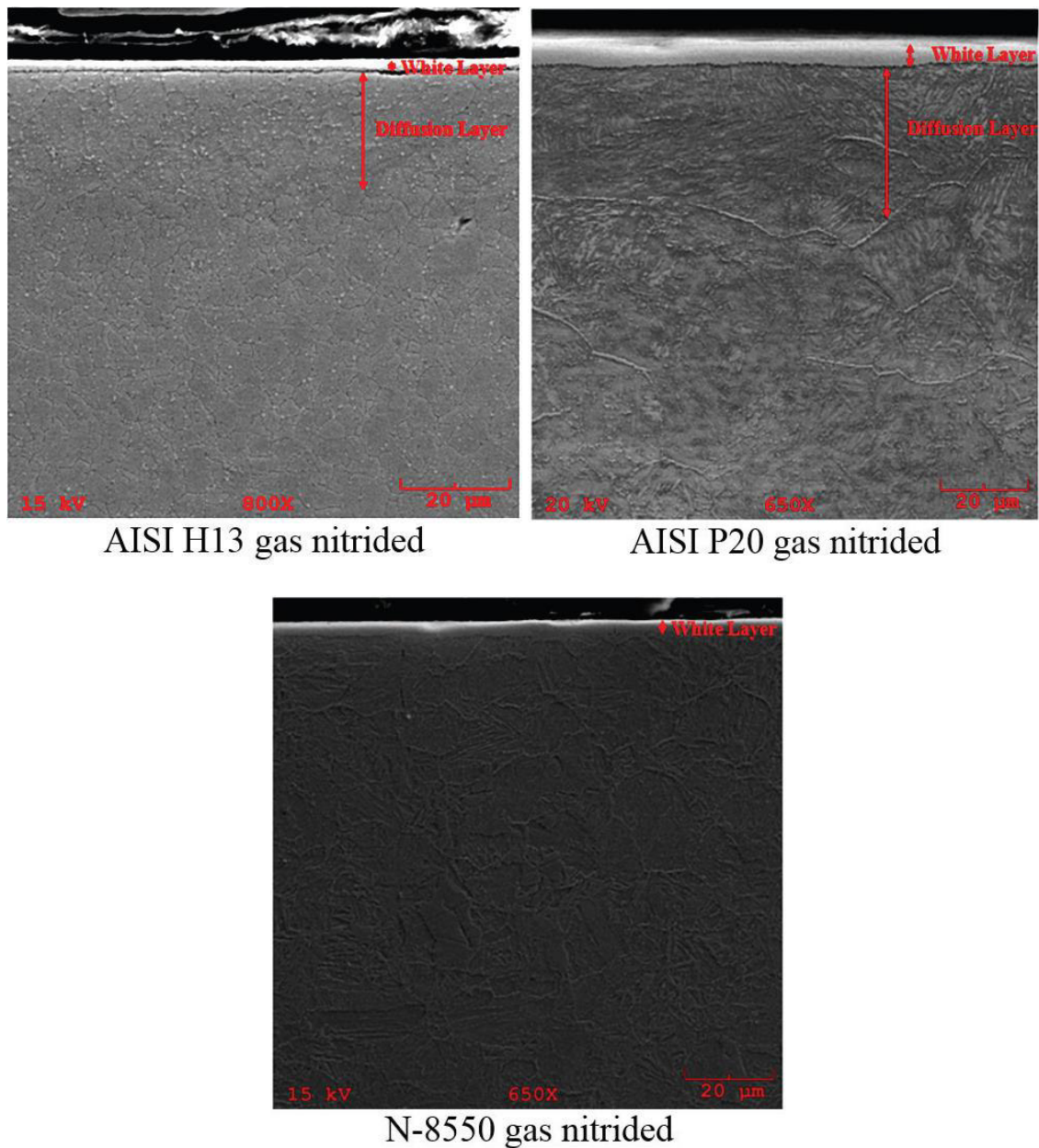
Dessa forma, é possível afirmar que a camada nitretada consiste, em geral, por duas fases metalúrgicas, a camada de compostos, conhecida como camada branca, e a camada de difusão, de acordo com o apresentado nas Figuras 4 e 5.

Figura 4 – Demonstração da camada nitretada.



Fonte: DIEHL, DONG & ROCHA, 2017.

Figura 5 – Demonstração da camada nitretada pelo processo de nitretação gasosa.



Fonte: Adaptado de ALMEIDA, MILAN & COSTA, 2015.

A camada nitretada de um aço é estruturada através de uma zona de difusão, com ou sem a zona de compostos, camada branca, e depende de fatores como: a exposição ao tempo e a temperatura, a concentração dos elementos de liga e a ação do nitrogênio de um tratamento particular (ROCHA, 1996).

Neste processo, a estrutura da camada é afetada pelo mecanismo utilizado para formar o nitrogênio elementar na superfície da peça e isso ocorre porque a formação da zona de compostos e de difusão depende da concentração de nitrogênio (ROCHA, 1996).

Os principais controladores da profundidade da camada nitretada são: tempo do tratamento, temperatura, ação do nitrogênio e composição do aço (ROCHA, 1996).

A camada branca é uma fusão de nitretos do ferro ($\text{Fe}_4\text{N}-\gamma'$ e $\text{Fe}_{2-3}\text{N}-\epsilon$), já a zona de difusão é uma zona de solução sólida que contém muito nitrogênio, sendo alguns precipitados (ALMEIDA, MILAN & COSTA, 2015).

3.3.1 Camada de Compostos

A camada de compostos ou camada branca, como também é chamada, já que não reage ao Nital na revelação metalográfica, é composta de nitretos de ferro do tipo $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}(\text{N}, \text{C})$ e/ou $\gamma'\text{-Fe}_4(\text{N}, \text{C})$ (DIEHL, 2017).

Devido a apresentar uma composição química e uma estrutura cristalina distinta do material base, a camada branca possui propriedades mecânicas de alta dureza, resistência à corrosão e ao desgaste, baixa tenacidade, baixos coeficientes de condutividade elétrica e de transferência de calor (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

A camada de compostos encontra-se no topo da estrutura e é constituída de nitretos e carbonitretos. Essa camada possui uma alta dureza e grande fragilidade, além de possuir propriedades que podem ser comparadas a cerâmica (PYE, 2006).

A profundidade da camada branca é estabelecida pelo tempo, pela temperatura, composição química do aço e a composição gasosa do processo, representando menos de 10% do tamanho da camada nitretada total (PYE, 2006).

3.3.2 Camada de Difusão

O endurecimento ocorrido na região de difusão é causado pela precipitação, já que uma parte do nitrogênio fica dissolvida nos interstícios da ferrita e outra parte forma os nitretos de ferro do tipo α' -Fe₁₆N₂, γ' -Fe₄N e elementos de liga, finos e coerentes. Dessa forma, as propriedades mecânicas da superfície do material são melhoradas, como, por exemplo, a resistência à fadiga e a dureza (ZAMBON, 2011).

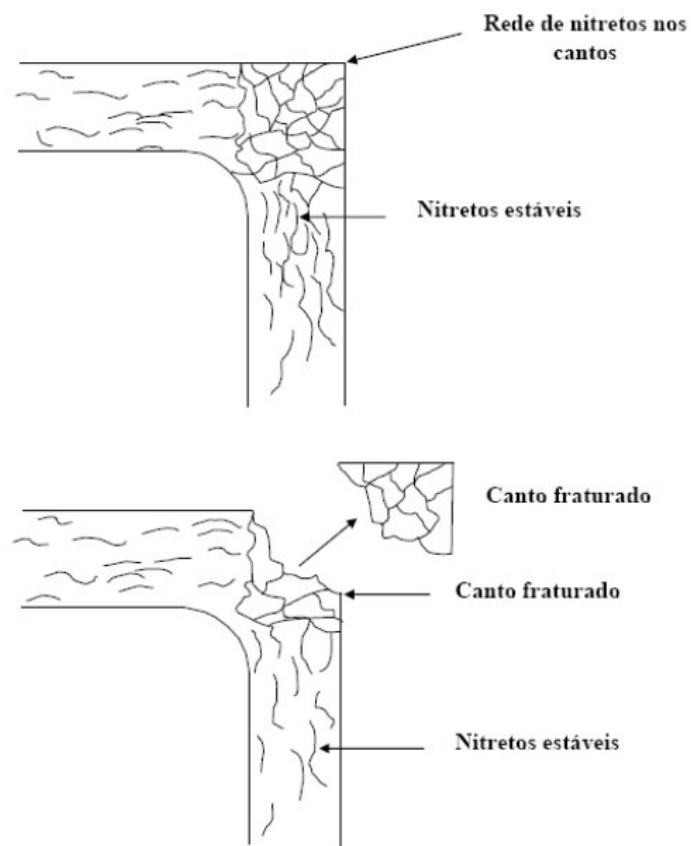
A região de difusão pode ser encontrada em seguida da camada branca. Nessa zona, uma porção do nitrogênio fica dissolvida nos interstícios da ferrita, ocasionando o endurecimento por solução sólida e a outra porção forma nitretos de ferro, gerando o endurecimento por precipitação.

Os precipitados desenvolvidos são fases de alta dureza e a sua precipitação ocasiona uma distorção na rede cristalina, fato que proporciona um maior efeito em aumento de resistência.

Ainda que seja o mecanismo principal para o endurecimento na nitretação, a formação de precipitados requer cuidados. A formação de uma rede de precipitados ocorre em altas temperaturas e isso acaba tornando a camada de difusão frágil, principalmente nos cantos vivos da peça e nos materiais com alta concentração de elementos formadores de nitreto, como, por exemplo, os aços ao cromo (PYE, 2006).

A Figura 6 ilustra a formação da rede de nitretos em cantos vivos.

Figura 6 – Rede de nitretos na camada de difusão.



Fonte: PYE, 2006.

3.4 Aços e suas Composições Químicas

Por definição, o aço é uma liga ferro-carbono contendo aproximadamente 0,008% até 2,11% de carbono, além de certos elementos secundários, resultantes do processo de fabricação.

A liga de aço é a matéria prima fundamental para a indústria metalmeccânica. Com o passar do tempo os aços estão em constante aprimoramento, ganhando adições nas suas composições químicas. Isso ocorre, para que as propriedades mecânicas desses aços melhore, para que ele possa servir para diferentes aplicações nas indústrias.

O aço possui diferentes fatores benéficos que o tornam mais popular. Entre esses fatores, é possível observar a alta resistência mecânica (se comparado a outros metais convencionais), a tenacidade, soldabilidade, o preço, o domínio do homem sobre as técnicas de processamento, um amplo leque de geometrias possíveis de serem obtidas, além de uma grande faixa de temperatura a qual o material se adequa, logo, todas essas qualidades o tornam bastante atrativo (DIEHL, 2017).

O tipo do aço influencia altamente na composição e espessura das camadas nitretadas. Por exemplo, os aços de alta liga possuem alta dureza em função dos nitretos de liga dispersos na matriz, além de altas tensões residuais superficiais que são concebidas nas zonas compostas e de difusão desses aços. Esses aços são o efeito de gradientes de composição química, campos de tensão em torno de precipitados, volume, mudanças e efeitos térmicos (SKONIESKI et al, 2013).

Já nos aços de baixa liga, a camada de difusão não alcança uma dureza tão alta quanto aos atingidos na nitretação de aços ferramenta. A camada branca exerce o papel mais importante contra o desgaste, assim, a camada de difusão possui um papel de menor importância, logo, para os aços de baixa liga atingirem a morfologia e a composição de fases corretas da camada composta, é uma tarefa de suma importância a se realizar (SKONIESKI et al, 2013).

3.4.1 Aços Baixa Liga

Aços comuns de baixo teor de carbono possuem menor resistência se comparados a aços baixa liga, pois a grande parte desses aços de baixa liga podem ter suas resistências elevadas mediante tratamento térmico.

Os aços baixa liga são dúcteis, conformáveis e podem ser usinados. Em atmosferas normais, esses aços são mais resistentes a corrosão do que os aços carbono convencionais.

Formados por aço baixo carbono ou aços C-Mn e contendo pequenas adições de alumínio, vanádio, titânio ou nióbio, cobre, molibdênio, níquel ou cromo, os aços microligados ou aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), foram criados para atribuir melhores propriedades mecânicas ao material empregado. Esses aços apresentam menos que 5% de elementos de liga em massa.

O principal seguimento de aplicação desses dos aços baixa liga, é de aços estruturais, nos setores da construção civil, transporte e automobilístico, ferroviário, naval e aéreo, bem como empregado em tubulações, vasos de pressão, etc (HODGSON & GIBBS, 1992).

3.4.2 Elementos Formadores de Nitretos nos Aços

O que faz os aços possuírem uma resposta considerável ao processo de nitretação e nitrocarbonetação é possuírem elementos de liga que são fortes formadores de nitretos (DIEHL, 2017).

A dureza elevada e a resistência ao desgaste e à fadiga, mesmo já possuindo boas propriedades mecânicas após o tratamento térmico convencional são algumas das respostas dadas pelo aço (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

Para obter elevação na dureza em relação ao material sem nitretação, a camada de difusão necessita que o aço tenha elementos de liga que gerem nitretos estáveis na temperatura de nitretação. Os elementos de liga mais usados para esse fim são Mn, Al, Cr, V e Mo (DIEHL, 2017).

Alguns desses elementos correspondem com maior velocidade à formação de nitretos estáveis nas temperaturas de nitretação. O alumínio é um elemento que constrói nitretos altamente duros na superfície do aço. Por isso, geralmente o teor máximo de alumínio para não afetar as propriedades mecânicas é de 1%, mais do que isso a superfície tende a ficar quebradiça se exposta a condições extremas de cargas superficiais, o que ocorre devido ao substrato geralmente dútil (PYE, 2003).

Já o molibdênio tem a capacidade de formar nitretos estáveis nas temperaturas tradicionais de nitretação e ainda é capaz de reduzir o risco de fragilização (PYE, 2003).

Além do molibdênio, o cromo também é capaz de formar nitretos estáveis, mas em aços inoxidáveis e a quantidade elevada de cromo pode atrapalhar a nitretação em função da reação com oxigênio que gera a camada passivada na superfície do material (PYE, 2003).

Outro elemento que forma nitretos estáveis é o vanádio, que ainda auxilia para o refinamento de grão (PYE, 2003).

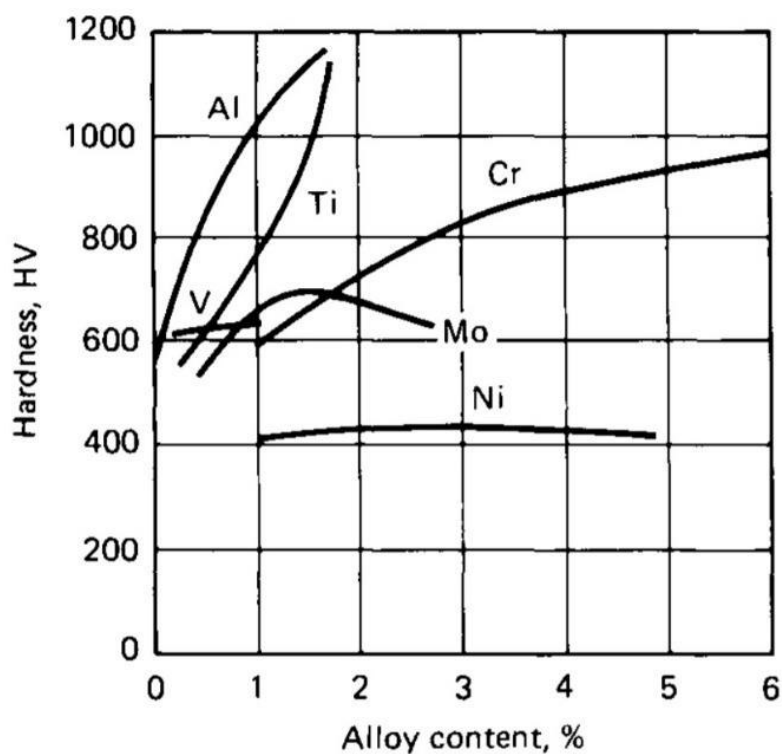
Em relação ao tungstênio, ele permite ao aço que sua resistência seja mantida, mesmo que em altas temperaturas, e isso sem fazer com que ele perca a dureza da superfície. Seus nitretos possuem a capacidade de aprimorar a resistência ao desgaste até em utilizações em que a temperatura de trabalho vai a 590°C (PYE, 2003).

O titânio é um metal leve e com excelentes propriedades mecânicas, utilizado para estabilizar o aço contra a formação de carbonetos de cromo no contorno de grão.

É possível se obter, com um mínimo de distorção, benefícios como camada elevada de dureza, alta resistência ao desgaste e baixo coeficiente de atrito e isso se deve a elementos altamente formadores de nitretos, tais como: Cr, Mo, W e V. A alta dureza oferece menos perda de material por ação abrasiva e menos por coeficiente de atrito (DOSSETT & TOTTEN, 2013).

Nesse sentido, é possível observar, na Figura 7, o efeito dos elementos de liga na dureza da camada nitretada.

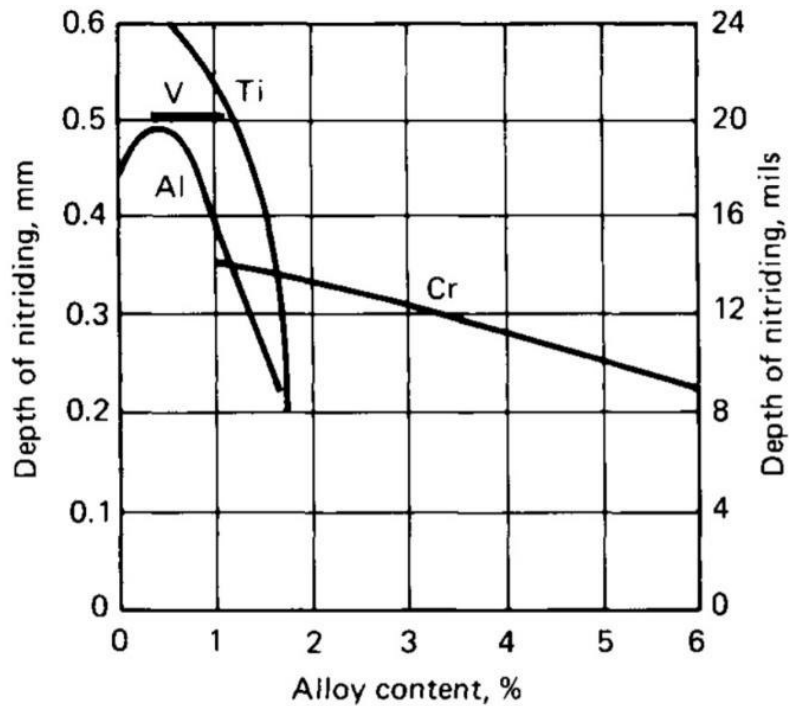
Figura 7 – Efeito dos elementos de liga na dureza da camada nitretada.



Fonte: DOSSETT & TOTTEN, 2013.

A difusão do nitrogênio é afetada negativamente pelos elementos de liga, esses elementos dificultam a difusão, por isso, quanto mais teor de elementos de liga, menos espessa será a camada. Já em baixas quantidades, o alumínio pode melhorar a difusão do nitrogênio no aço, conforme fato demonstrado na Figura 8 (JINDAL, 1978).

Figura 8 – Efeito dos elementos de liga na profundidade da camada nitretada.



Fonte: DOSSETT & TOTTEN, 2013.

3.4.3 Cinética de Difusão do Nitrogênio nos Aços

Existem alguns fatores que devem ser levados em consideração quando se trata da cinética de difusão do nitrogênio, sendo eles: a potência de difusão do nitrogênio no nitreto de ferro γ' e ϵ que deve ser menor que na ferrita (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

Outro fator a ser observado é o carbono que, em concentrações mais altas, afeta na difusão do nitrogênio, dificultando-a. Baseado nisso, promove um impacto no acúmulo do gás na superfície do material (OZBAYSAL, INAL & ROMING JR, 1986).

Em decorrência disso, cria-se uma camada de compostos na superfície do aço que dificulta a difusão de nitrogênio para o interior do material, dessa forma, reduzindo a zona de difusão e aumentando a zona de compostos. A cinética da difusão também é motivada pelos elementos de liga formadores de nitretos (TIER, 1998).

Outro ponto considerável é a do coeficiente de difusão que funciona em função da temperatura, logo, esse efeito é mais encontrado em tratamento de nitretação realizados em temperaturas elevadas (REIS, BORGES & PANDOLFO, 2013).

Ademais, para o aço martensítico a cinética de crescimento da camada nitretada é maior que a observada em aços austeníticos e isso se deve aos coeficientes de difusão do nitrogênio na martensita e na austenita (ZANELLA, 2018).

3.5 Austenita e Martensita Expandida na Nitretação

A fase conhecida como austenita ou martensita expandida torna os materiais mais resistentes ao desgaste e a corrosão e estudos comprovam que é o processo de nitretação em baixa temperatura que permite a formação dessa fase (DOBRZANSKI et al, 2012; SHORT, 2008).

3.5.1 Austenita Expandida

A austenita expandida, também chamada de fase S, é formada em processos de nitretação em aços que manifestam estrutura austenítica.

Encontrada em aços inoxidáveis austeníticos, a austenita expandida é uma fase metaestável cúbica de face centrada (CFC) possuindo grandes quantidades de nitrogênio e/ou carbono em solução sólida, geradas em temperaturas menores que 450°C. Com essa expansão, é possível melhorar algumas propriedades mecânicas, tais como: dureza, tenacidade e resistência a vida em fadiga. E isso se deve em função das tensões residuais de compressão que são criadas na superfície do componente utilizado (TSCHIPTSCHIN et al, 2017).

Em processos de nitretação realizadas em baixas temperaturas, a austenita expandida é formada e posteriormente apresenta alta resistência a corrosão, jamais podendo ser exposta a temperaturas de operação maiores que 400°C (TSCHIPTSCHIN et al, 2017).

3.5.2 Martensita Expandida

A martensita expandida é formada por um tratamento de nitretação em aços que possuam estrutura martensítica, da mesma forma que a austenita expandida.

A martensita expandida é formada na superfície dos aços inoxidáveis martensíticos quando recebem um tratamento de nitretação a uma temperatura não maior que 400°C, sendo uma fase metaestável de estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) (SCHEUER et al, 2016).

No processo de nitretação, a temperatura deve ser alta o necessário para ativar a difusão intersticial de nitrogênio e baixa o suficiente para que não ocorra a difusão substitucional do cromo, não modificando a quantidade de cromo em solução sólida e escapando da formação de carbonetos dele durante o tratamento (KIM et al, 2003).

A chamada de martensita expandida, com alta dureza, resistência à abrasão e à corrosão é formada através da supersaturação da estrutura cristalina que ocorre devido a difusão do nitrogênio (KIM et al, 2003).

3.6 Resistência à Fadiga de Aços Nitretados

A camada de nitretos eleva o nível de tensões residuais na superfície de um componente mecânico e melhora a sua vida em fadiga.

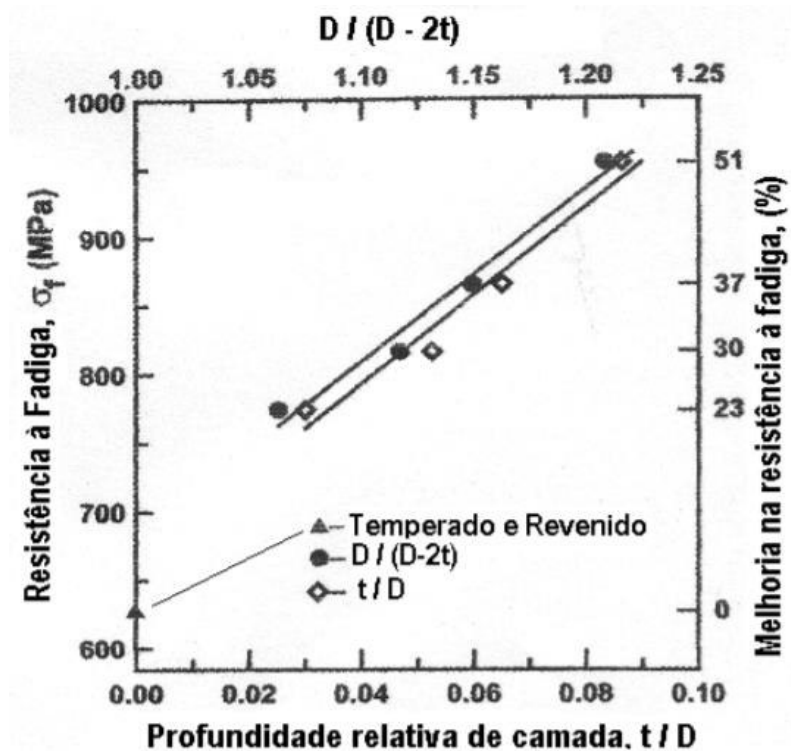
Dessa forma, a resistência em fadiga nos aços nitretados pode ser avaliada em função da camada de nitretos entregue na superfície dos metais (DALCIN et al, 2020).

A camada de nitretação formada no tratamento obtém um impacto positivo na vida em fadiga de um componente. Isso se deve a dois fatores, conforme exposto abaixo (ALSARAN, KARAKAN & ÇELIK, 2002; LIMODIN, VERREMAN & TARFA, 2003):

- O atraso na nucleação da trinca, em função da elevação da resistência mecânica superficial;
- A introdução de tensões residuais compressivas durante o processo de endurecimento da superfície, ocasionada pela camada nitretada, a qual atrasa a iniciação da trinca e diminui o fator de intensidade de tensão.

A espessura da camada nitretada possui grande influência na resistência à fadiga do aço. Com o crescimento da profundidade da camada nitretada, a tensão residual compressiva da superfície do aço nitretado eleva, como é possível observar na Figura 9 (GENEL, DEMIRKOL & ÇAPA, 2000).

Figura 9 – Efeito da profundidade relativa da camada nitretada em relação a fadiga.



Fonte: GENEL, DEMIRKOL & ÇAPA, 2000.

3.7 Resistência à Corrosão dos Aços Nitretados

Conforme o tipo de metal e o meio corrosivo, a nitretação pode elevar a resistência à corrosão (CHYOU & SHIH, 1990).

Geralmente, os aços baixa liga possuem uma proteção à corrosão melhorada significativamente graças a nitretação.

Os principais argumentos para melhora na resistência à corrosão são (BAYOUMI & GHANEM, 2017):

- Formação de NH_4^+ na solução, com consequente elevação do pH do meio;
- Teores aumentados de nitrogênio no filme, o que estabiliza e eleva a resistência ao ataque pelo íon Cl^- ;
- Produção de íons de nitrato melhorando a resistência à corrosão por pite.

Em caso da aplicação de altas temperaturas e tempos longos durante o processo de nitretação, as propriedades tribológicas dos aços são prejudicadas, em função da acentuada precipitação de nitreto na superfície desses metais, que por sua vez causa uma fragilização da camada nitretada (LI et al, 2008).

Baseado nisso, a resistência à corrosão destes aços também é reduzida, devido a sensibilização da camada nitretada (BRUHL et al, 2010).

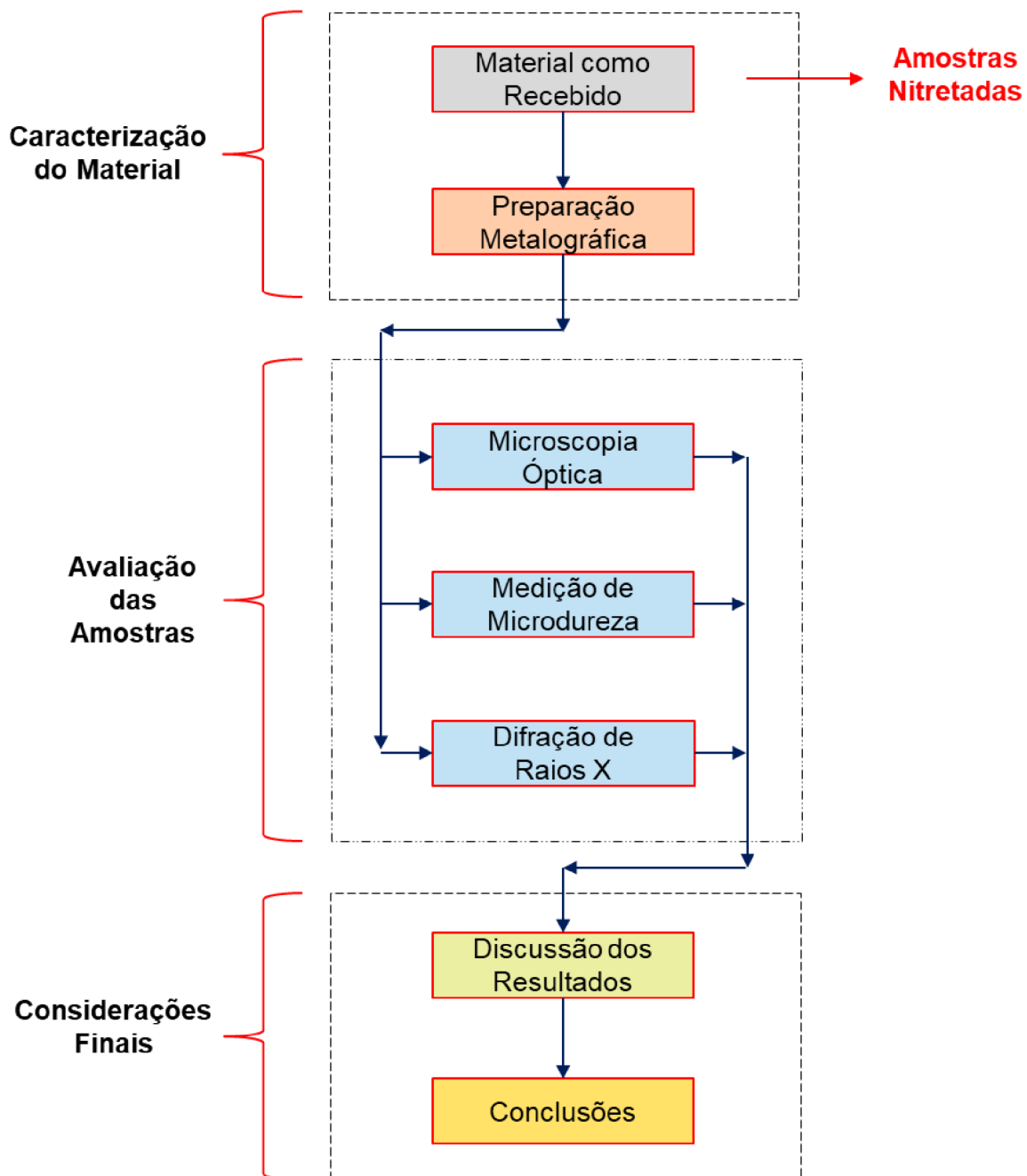
Em contrapartida ao processo de nitretação em baixas temperaturas, haverá uma melhora da resistência ao desgaste e da vida em fadiga dos aços, devido a formação de uma camada de martensita expandida livre de precipitação em suas superfícies (XI, LIU & HAN, 2008).

Não obstante, a camada de martensita gerada irá melhorar a resistência à corrosão desses materiais (FU et al, 2007).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, será abordado a proposta de trabalho, apresentando os materiais e equipamentos utilizados, bem como os procedimentos experimentais. Portanto, para uma melhor organização, a metodologia do trabalho obedeceu ao fluxograma representado na Figura 10.

Figura 10 – Fluxograma metodológico.



Fonte: Próprio autor (2023).

4.1 Materiais

Os aços utilizados são do tipo baixa liga, sendo o SAE 4140, os quais já vieram com tratamento de nitretação gasosa (material como recebido).

Os mesmos foram cortados em partes menores, classificados em amostras, os quais foram disponibilizados pelo Orientador.

Após o recebimento dos materiais, foram executados os ensaios pré-estabelecidos, sendo eles: Microscopia óptica, medição de microdureza e difração de raios X (DRX).

Posteriormente, foram analisados os resultados dos ensaios, para as devidas conclusões.

4.2 Tratamento de Nitretação Gasosa

As amostras foram recebidas com tratamento de nitretação gasosa, na temperatura de 525°C e por um tempo de 96 horas, em forno tipo poço com controle de dissociação.

O nitrogênio foi obtido na atmosfera a partir da dissociação da amônia.

4.3 Técnicas para Análise Microestrutural

As técnicas para análise microestrutural foram utilizadas para avaliar a microestrutura do núcleo junto a superfície, utilizando os procedimentos padrões de metalografia que consistiram em corte, lixamento, polimento com alumina (0,5µm e 1µm) e ataque químico com Nital (2% e 3%).

4.3.1 Análise Microestrutural

A preparação das amostras nitretadas foi realizada no laboratório de Metalografia do GEFMat da FURG.

Previamente a etapa de lixamento, as peças foram confeccionadas com uma cortadora de precisão com lubrificação a óleo, sendo o equipamento do fabricante Buehler, modelo Delta AbrasiMet, presente no laboratório do GEFMat.

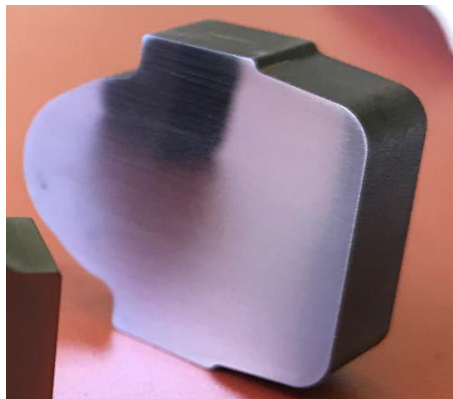
Iniciou-se a preparação das amostras pelo processo de lixamento, em que foram utilizadas lixas do tipo "Lixa d'água". Primeiro usou-se a lixa de granulometria 80#, seguida pelas de 220#, 300#, 420#, 500#, 1200# e 2500grãos/cm². Antes de passar para cada lixa, o metal era girado em 90° e assim seguia-se com o lixamento.

A próxima etapa é a do polimento, sendo executada em um prato giratório, que contém um pano especial. Sobre o prato coloca-se um abrasivo chamado óxido de alumínio, também conhecido por alumina (0,5µm e 1µm). Após, lavou-se o metal em água e o secou-se para que a amostra fique pronta para a etapa subsequente.

Por último, foi feito o ataque químico por imersão das amostras, durante um período de 3 a 10s, para que a microestrutura pudesse ser revelada. O reagente utilizado foi o Nital (2% e 3%), um dos reagentes mais usados nestes processos, que funciona para a grande maioria dos metais ferrosos. Depois disso, limpou-se a amostra com álcool e a secou-se, para observá-la no microscópio.

Dessa forma, a Figura 11 apresenta a amostra após passar pelas etapas de metalografia.

Figura 11 – Formato das amostras, após preparação metalográfica.



Fonte: Próprio autor (2023).

4.3.2 Microscopia Óptica (MO)

Depois de executados todas as etapas do processo de metalografia, pode-se realizar a análise via microscopia óptica (MO) das amostras.

A análise foi realizada no laboratório de Metalografia do GEFMat da FURG, em um microscópio óptico. Com isso, foi possível identificar a camada branca e de difusão das amostras.

4.3.3 Medição de Microdureza

Nesta etapa, foi realizado um ensaio de microdureza, de modo a avaliar a resistência mecânica no núcleo e na superfície das amostras nitretadas.

O ensaio foi realizado com uso de um microdurômetro, situado no Laboratório de Engenharia Mecânica da FURG, o qual mede dureza Vickers, sendo um ensaio em que um penetrador de diamante em forma de pirâmide é comprimido contra a peça a ensaiar por uma força pré-determinada.

Vale ressaltar que as amostras precisam de preparação, conforme descrito anteriormente (ver item 4.3.1), mas apenas até a etapa de polimento, sem necessidade de aplicação do ataque químico.

4.3.4 Difração de Raios X (DRX)

A determinação de presença de fases nas amostras foi realizada por um Difratorômetro de Raios X, disponível no CEME-SUL da FURG.

A difração de raios X (DRX) consiste na técnica que fornece a posição dos picos, intensidade e forma que são características de uma amostra específica.

5. ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O capítulo em questão apresenta e discute os resultados da caracterização das amostras após o processo de nitretação gasosa.

5.1 Análise Microestrutural

Na Figura 12, podem ser visualizadas as imagens da camada de compostos em diferentes magnificações. Verificou-se que a mesma se encontra homogeneamente em toda a amostra, apresentando baixo índice de lascamento. A camada de compostos, por possuir um comportamento cerâmico, apresenta determinada fragilidade e porosidade (DALCIN et al, 2020).

No centro da camada de compostos, verificou-se a presença de variação de coloração. Esta característica geralmente associa-se a presença da camada de compostos polifásica ϵ -Fe₂₋₃(N, C) e γ' -Fe₄(N, C) (DIEHL, 2017).

Abaixo da camada de compostos, verifica-se a presença da camada de difusão, também homogênea, possuindo precipitados na transição com a camada de compostos. Estes nitretos, são formados principalmente a partir dos elementos de liga Cr e Mo, os quais são típicos da composição química do aço SAE 4140.

O detalhamento das fases formadas será realizado com a técnica de difração de raios X.

Na região de núcleo, verificou-se que o aço se encontrava na condição temperado e revenido. A microestrutura martensítica favorece a “ancoragem” da camada de compostos com comportamento cerâmico (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

O processo de nitretação a gás segue três processos contínuos, divididos por etapas, que são (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017):

- A adsorção de espécies contendo N na superfície nitretada;
- A decomposição de espécies contendo N e a formação de átomos de N ativos;
- A difusão interna de átomos de N, sendo da superfície para o núcleo.

Na verdade, existem dois requisitos para a nitretação profunda, onde um é uma quantidade suficiente de N adsorvido para manter um alto potencial de N, o outro é uma quantidade suficiente de N dissolvido para fornecer uma necessária força motriz da difusão (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

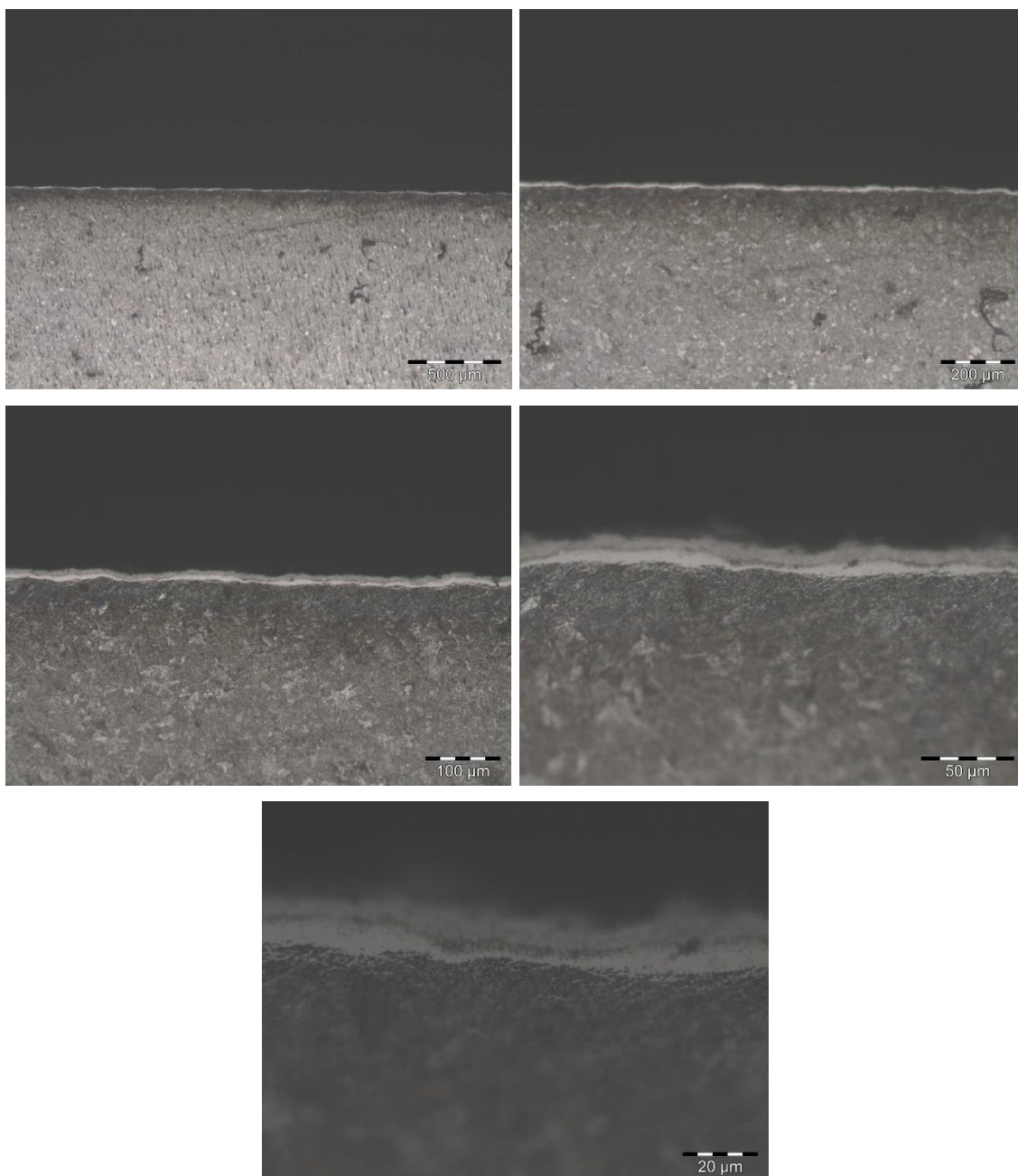
No entanto, uma quantidade excessiva de N adsorvido ou N dissolvido é inútil para a nitretação profunda. A grande quantidade de N adsorvido levará a uma recombinação de átomos de N adsorvidos para formar N_2 , que diminui o potencial de N na superfície (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

Por outro lado, a alta quantidade de N dissolvido nas camadas superficiais externas impedirá a dissolução contínua de átomos de N adsorvidos (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

Portanto, um bom equilíbrio entre o N adsorvido e o N dissolvido se faz necessário.

Figura 12 – Microestrutura da Amostra A – Camada de compostos e de difusão.

Nital 2% - 5s (5x, 10x, 20x, 50x e 100x).



Fonte: Próprio autor (2023).

Com base nas Figura 13 e 14, as quais apresentam o comportamento do segundo e terceiro conjunto de amostras nitretadas, observou-se a presença de ferrita livre junto a matriz martensítica no substrato das amostras.

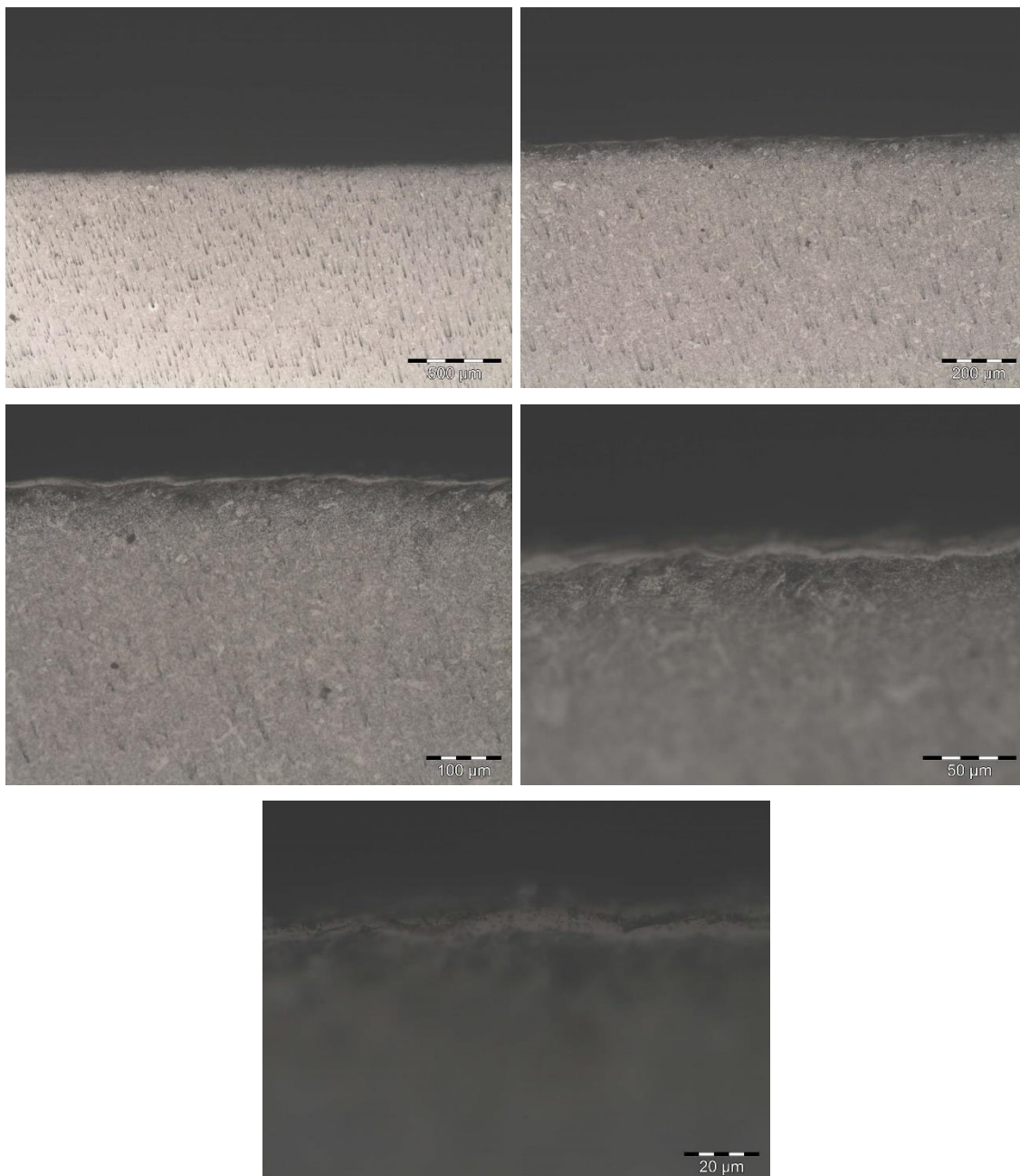
Esta microestrutura corrobora para que haja uma redução da resistência mecânica logo abaixo da camada de compostos (DIEHL, 2017).

A melhor condição para a aplicação da nitretação gasosa em longos ciclos, se associa a condição do substrato temperado e revenido.

Mesmo com a presença de ferrita livre, verificou-se em todas as amostras a presença de matriz martensítica.

Figura 13 – Microestrutura da Amostra B – Camada de compostos e de difusão.

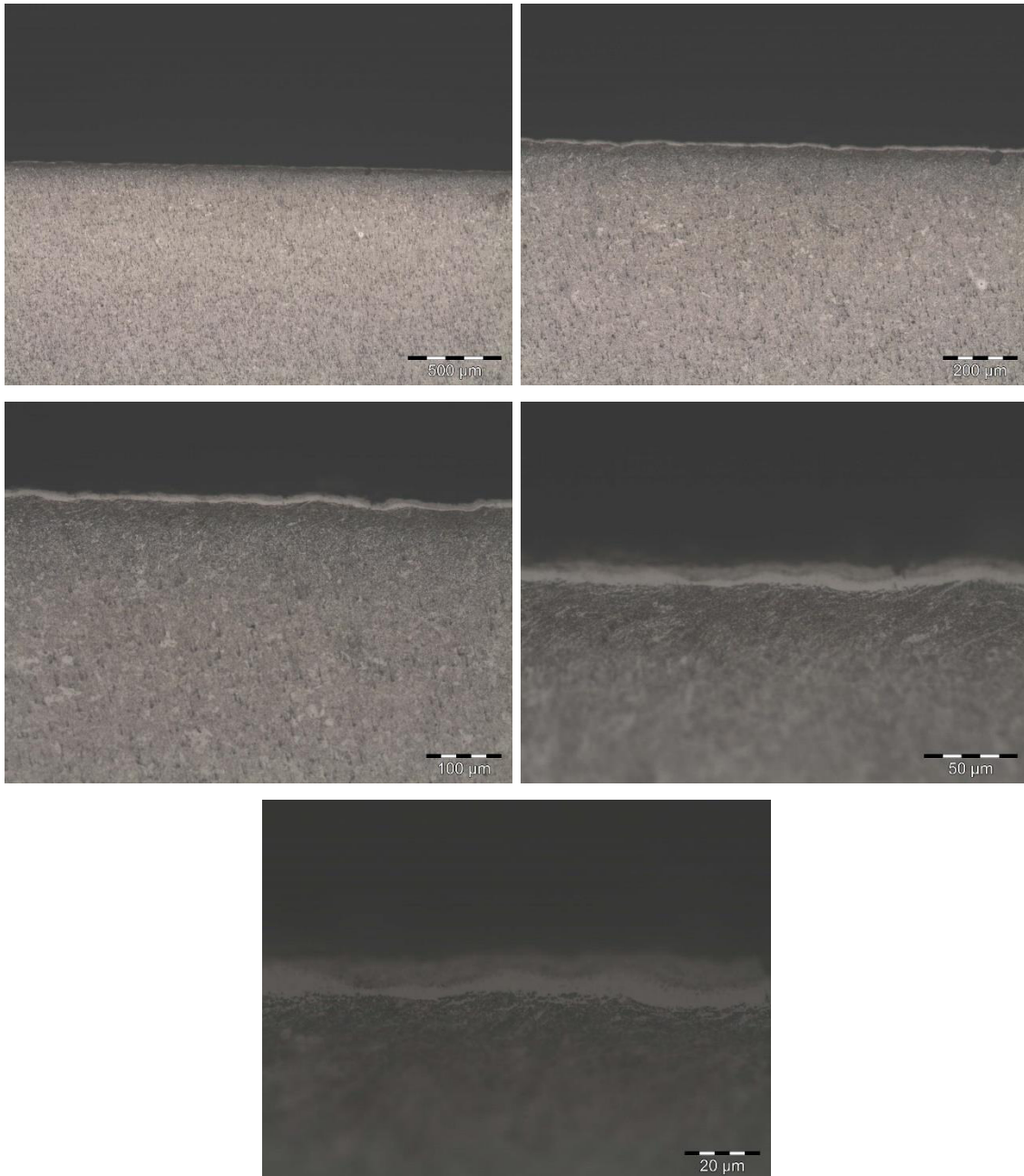
Nital 3% - 3s (5x, 10x, 20x, 50x e 100x).



Fonte: Próprio autor (2023).

Figura 14 – Microestrutura da Amostra C – Camada de compostos e de difusão.

Nital 3% - 3s (5x, 10x, 20x, 50x e 100x).



Fonte: Próprio autor (2023).

5.2 Perfil de Microdureza

Com o objetivo de determinar a dureza superficial da camada nitretada, as amostras foram submetidas a um ensaio com uso de um microdurômetro, o qual mede microdureza Vickers.

Foram aplicadas cargas de 300g (0,3HV) em um tempo de 10s, com 11 pontos de medição e os ensaios partiram de 50µm da superfície, depois de 100 em 100µm (0,10mm) em direção ao núcleo, conforme valores demonstrados na Tabela 1.

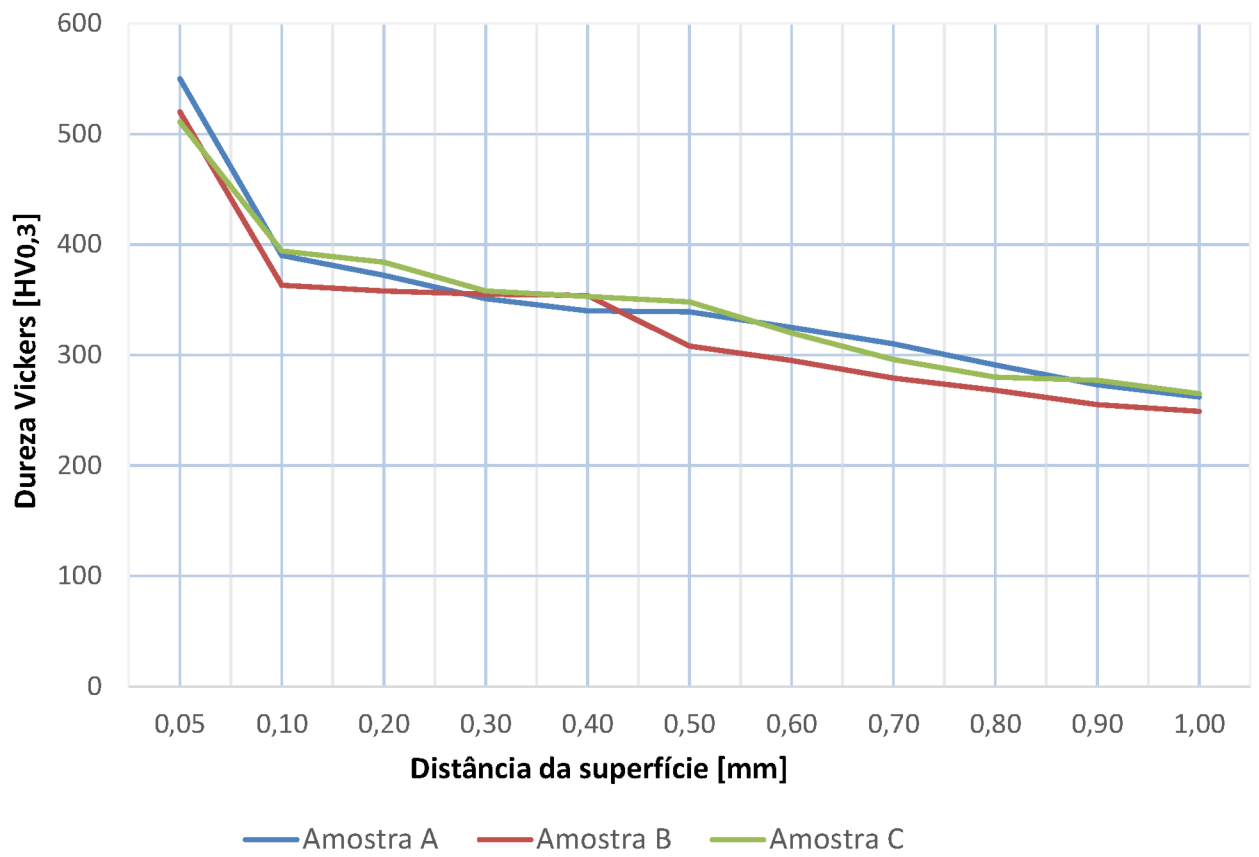
Tabela 1 – Microdureza HV_{0,3} das amostras.

Ponto	Distância da superfície [mm]	Amostra [HV _{0,3}]		
		A	B	C
1	0,05	550	520	511
2	0,10	390	363	394
3	0,20	372	358	384
4	0,30	351	355	358
5	0,40	340	354	353
6	0,50	339	308	348
7	0,60	325	295	320
8	0,70	310	279	296
9	0,80	291	268	280
10	0,90	273	255	277
11	1,00	262	249	265
	Núcleo	180	177	180

Fonte: Próprio autor (2023).

Com base nos dados da Tabela 1, foi possível gerar um gráfico que representa o perfil de microdureza de cada amostra, de acordo com a Figura 15.

Figura 15 – Perfil de microdureza das amostras.



Fonte: Próprio autor (2023).

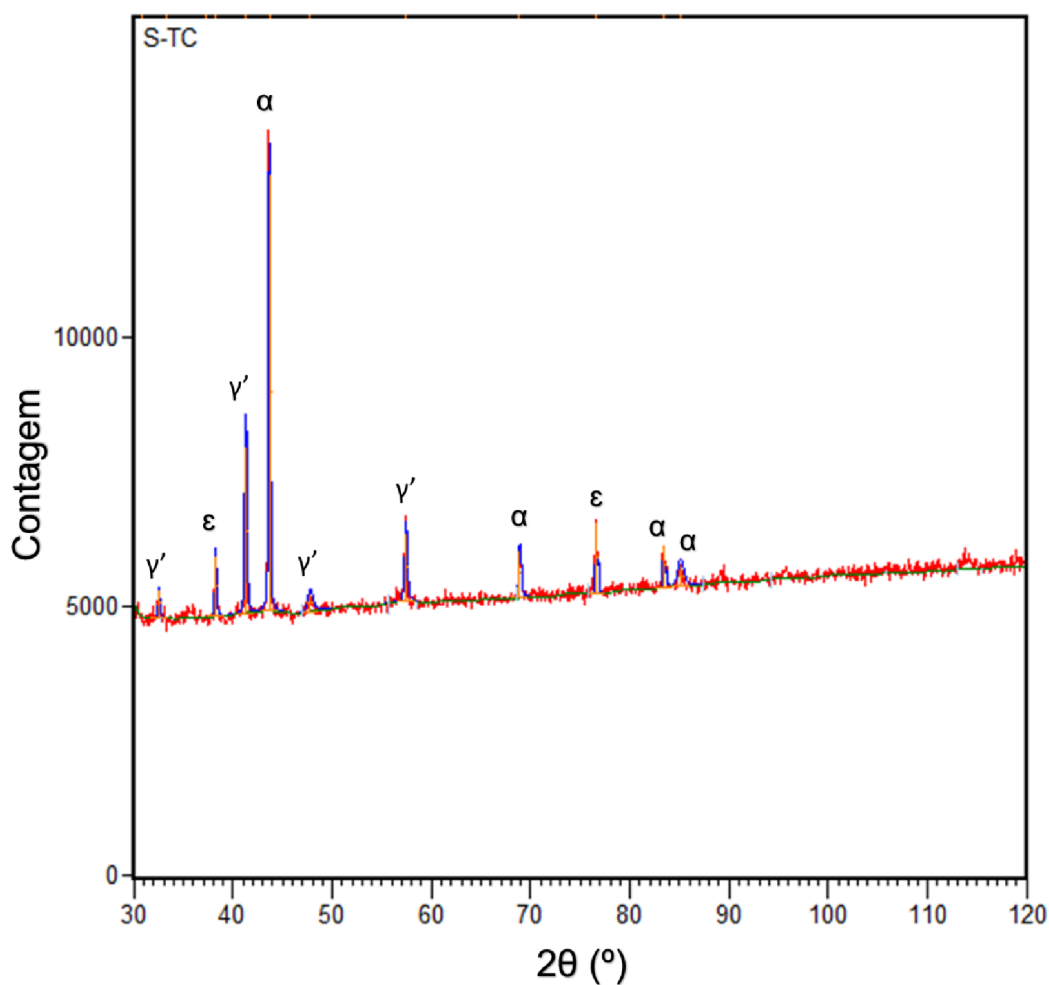
Como pode-se observar, os valores de dureza são maiores na região da superfície das peças, em função do tratamento termoquímico de nitretação.

Além disso, constata-se que a camada nitretada possui maior influência na dureza das amostras até 0,5mm, possuindo, após isso, uma camada de transição até a microdureza do núcleo.

5.3 Difração de Raios X (DRX)

Através da difração de raios X, determinou-se os precipitados formados no processo de nitretação gasosa, conforme Figura 16. Com base nisso, identificou-se os picos com as fases ϵ (Fe_{2-3}N), α (Ferrita) e γ' (Fe_4N).

Figura 16 – Espectro de difração de raios X (DRX) das amostras nitretadas.



Fonte: Próprio autor (2023).

Observa-se neste mesmo espectro, a camada branca deste tratamento, em função da existência das fases α e γ' . Não encontrou-se nitretos e carbonetos no difratograma, em função da ausência dos seus elementos formadores (DALCIN et al, 2020).

Os padrões de DRX de amostras nitretadas indicam superfícies nitretadas constituídas por α -Fe e nitretos (ϵ e γ').

Quando a temperatura de nitretação aumenta, não há diferença no tipo e quantidade do nitreto ϵ para todas as amostras nitretadas. Ele revela um estado de equilíbrio da concentração de N nas superfícies nitretadas (DIEHL, DONG & ROCHA, 2017).

6. CONCLUSÕES

A partir dos resultados e discussões conclui-se que:

- A partir das micrografias realizadas, evidenciou-se a presença das camadas de compostos (camada branca) e de difusão, em cada amostra nitretada. Com base nisso, constata-se que os elementos de liga do aço SAE 4140 favoreceram a formação da camada de compostos e de difusão. Além disso, também não foram detectadas trincas junto a camada de compostos;
- A camada de compostos apresentou boa “ancoragem” no substrato e a de difusão se mostrou homogeneamente distribuída;
- Houve um aumento significativo da microdureza superficial em relação ao substrato das amostras nitretadas. Além disso, detectou-se nas amostras uma profundidade da camada de difusão de 0,5 mm;
- As amostras nitretadas apresentaram superfícies constituídas por α -Fe e nitretos (ϵ e γ'). A camada de compostos apresentou-se polifásica, possuindo ϵ -Fe₂₋₃(N, C) e γ' -Fe₄(N, C).

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Seguem recomendações para novos trabalhos:

- Realizar estudos para avaliar a resistência à corrosão e à vida em fadiga do material;
- Analisar a microestrutura das amostras através de MEV / EDS;
- Estender o tema para outros tipos de aços baixa liga;
- Executar estudos de viabilidade econômica.

8. REFERÊNCIAS

8.1 Referências Nominais

ALMEIDA, E. A. S.; MILAN J. C.; COSTA, C. E. M. **Acquired Properties Comparison of Solid Nitriding, Gas Nitriding and Plasma Nitriding in Tools Steels**. Materials Research, Percentil Scopus: 87,5%, v. 18, n. 1, p. 27-35, 2015.

ALSARAN, A.; KARAKAN, M.; ÇELİK, A. **The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel**. Materials Characterization, Percentil Scopus: 100%, v. 48, p. 323-327, 2002.

BAYOUMI, F. M.; GHANEM, W. A. **Effect of nitrogen on the corrosion behavior of austenitic stainless steel in chloride solutions**. Materials Letters, Percentil Scopus: 87,5%, v. 59, p. 3311– 3314, 2005.

BRUHL, S. P.; CHARADIA, R.; SIMISON, S.; LAMAS, D. G.; CABO, A. **Corrosion behavior of martensitic and precipitation hardening stainless steels treated by plasma nitriding**. Surface & Coatings Technology, Percentil Scopus: 87,5%, v. 204, p. 3280-3286, 2010.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica Vol. III – Materiais de Construção Mecânica**. 2ed. Makron Books, São Paulo. Livro, 1986.

CHYOU, S. D.; SHIH, H. C. **Structure and electrochemical properties of plasma-nitrided low alloy steel**. Materials Science & Engineering A, Percentil Scopus: 100%, v. 129, p. 109-117, 1990.

COSTA, C. E. M.; MILAN J. C.; ALMEIDA, E. A. S. **Study of the nitride layer obtained by different nitriding methods**. Revista Matéria, Percentil Scopus: 50%, v. 20, n. 2, p. 460-465, 2015.

DALCIN, R. L.; OLIVEIRA, L. F.; ROCHA, A. S.; Malfatti, C. F.; HIDALGO, G. E. N.; EPP, J.; ZOCH, H. W. **Microestrutura e Propriedades de Desgaste do Aço Bainítico de Resfriamento Contínuo DIN 18MnCrSiMo6-4 Nitretado a Plasma em Diferentes Temperaturas**. Revista Matéria, Percentil Scopus: 50%, v. 25, n. 2, p. 1-11, 2020.

DIEHL, I. L. **Análise de Camadas Obtidas por Nitretação Gasosa Controlada nos Aços SAE H13 e SAE 4140**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017.

DIEHL, I. L.; DONG, J.; ROCHA, A. S. **Propriedades do aço AISI 4140 nitretado a gás**. Revista Matéria, Percentil Scopus: 50%, v. 22, n. 4, p. 1-15, 2017.

DOBRZANSKI, L. A.; BRYTAN, Z.; GRANDE, M. A.; ROSSO, M.; PALLAVICINI, E. J.; **Properties of vacuum sintered duplex stainless steels**. Journal of Materials Processing Technology, Percentil Scopus: 100%, v. 162-163, p. 286-292, 2005.

DOSSETT, J.; TOTTEN, G. E. **ASM Handbook, Volume 4A: Steel Heat Treating Fundamentals and Processes**. Livro, 2013.

FU, R. K. Y.; TANG, D. L.; WAN, G. J.; CHU, P. K. **Enhancement of corrosion resistance of AISI 420 stainless steels by nitrogen and silicon plasma immersion ion implantation**. Surface & Coatings Technology, Percentil Scopus: 87,5%, v. 201, p. 4879-4883, 2007.

GENEL, K.; DEMIRKOL, M.; ÇAPA, M. **Effect of ion nitriding on fatigue behavior of AISI 4140 steel**. Materials Science & Engineering A, Percentil Scopus: 100%, v. 279, p. 207-216, 2000.

HODGSON, P. D.; GIBBS, R. K. **A Mathematical Model to Predict the Mechanical Properties of Hot Rolled C-Mn and Microalloyed Steels**. ISIJ International, Percentil Scopus: 87,5%, v. 32, p. 1329-1338, 1992.

JINDAL, P. C. **Ion Nitriding of Steels**. Journal of Vacuum Science and Technology, Percentil Scopus: 62,5%, v. 15, n. 2, p. 131-317, 1978.

JUNIOR, C. A. **Nitretação a Plasma: fundamentos e aplicações**. EDUFRRN, Natal. Livro, 2001.

KIM, S. K.; YOO, J. S.; PRIEST, J. M.; FEWELL, M.P. **Characteristics of martensitic stainless steel nitrided in a low-pressure RF plasma**. Surface & Coatings Technology, Percentil Scopus: 87,5%, 2003.

LI, G.; WANG, J.; LI, C.; PENG, Q.; GAO, J.; SHEN, B. **Microstructure and dry-sliding wear properties of DC plasma nitrided 17-4 PH stainless steel**. Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, Percentil Scopus: 75%, 2008.

LIMODIN, N.; VERREMAN, Y.; TARFA, T. N. **Axial fatigue of a gas-nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth**. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Percentil Scopus: 87,5%, v. 26, p. 811-820, 2003.

OZBAYSAL, K.; INAL, O. T.; ROMING JR, A. D. **Ion-nitriding behavior of several tool steels**. Materials Science & Engineering A, Percentil Scopus: 100%, v. 78, p. 179-191, 1986.

PICCILLI, M. R. **Otimização do Processo de Nitretação Gasosa na Redução de Trincas em Anéis de Pistão para Motores de Combustão Interna**. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção da Universidade Federal de Itajubá, 2009.

PRASS, A. R.; FONTANA, L. C.; RECCO, A. A. C. **Nitretação por plasma com revenimento simultâneo do aço ferramenta VF 800AT**. Revista Matéria, Percentil Scopus: 50%, v. 22, n. 2, p. 1-16, 2017.

PYE, D. **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**. Materials Park, Ohio: ASM International. Livro, 2003.

PYE, D. **Nitriding Techniques, Ferritic Nitrocarburizing, and Austenitic Nitrocarburizing Techniques and Methods**. Steel Heat Treating: Metallurgy and Technologies. Oregon, U.S. p. 474-538. Livro, 2006.

REIS, R. F.; BORGES, P. C.; PANDOLFO, V. **Nitretação por plasma do aço ISO 5832-1 em alta temperatura: Influência do tempo de tratamento e sua aplicação no processo "SHTPN"**. Revista Matéria, Percentil Scopus: 50%, v. 18, n. 4, p. 1525-1540, 2013.

ROCHA, A. S. **Estudo de Nitretação Iônica Aplicada aos Aços Rápidos**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1996.

ROCHA, A. S. **Influência do estado superficial na nitretação a plasma do aço AISI M2**. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2000.

SCHEUER, C. J.; ZANETTI, F. I.; CARDOSO, R. P.; BRUNATTO, S. F. **Influence of process temperature on phase formation in plasma nitrided AISI 420 steel**. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 22., 2016, Natal. Anais. CBECiMat, 2016.

SKONIESKI, A. F.; SANTOS, G. R.; HIRSCH, T. K.; ROCHA, A. S. **Metallurgical Response of an AISI 4140 Steel to Different Plasma Nitriding Gas Mixtures**. Materials Research, Percentil Scopus: 87,5%, v. 4, n. 16, p. 884-890, 2013.

SHORT, K. T.; ZANG, Z.; FINNIE, K.; COLLINGS, G. A.; FIGUEROA, C. A.; **A new duplex process for corrosion protection by PI³**. Materials Letters, Percentil Scopus: 87,5%, v. 62, p. 3156-3158, 2008.

STAINES, T. **Low temperature thermochemical treatments: opening process window**. Surface Engineering, Percentil Scopus: 87,5%, v. 26, n. 1-2, p. 97-102, 2010.

TIER, M. A. D. **Avaliação da Resistência ao Desgaste do Aço AISI M2 Nitretado a Plasma**. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1998.

TSCIPTSCHIN, A. P. et al. **Thermal stability of expanded austenite formed on a DC plasma nitrided 316L austenitic stainless steel**. Thin Solid Films, Percentil Scopus: 75%, v. 644, p. 156-165, 2017.

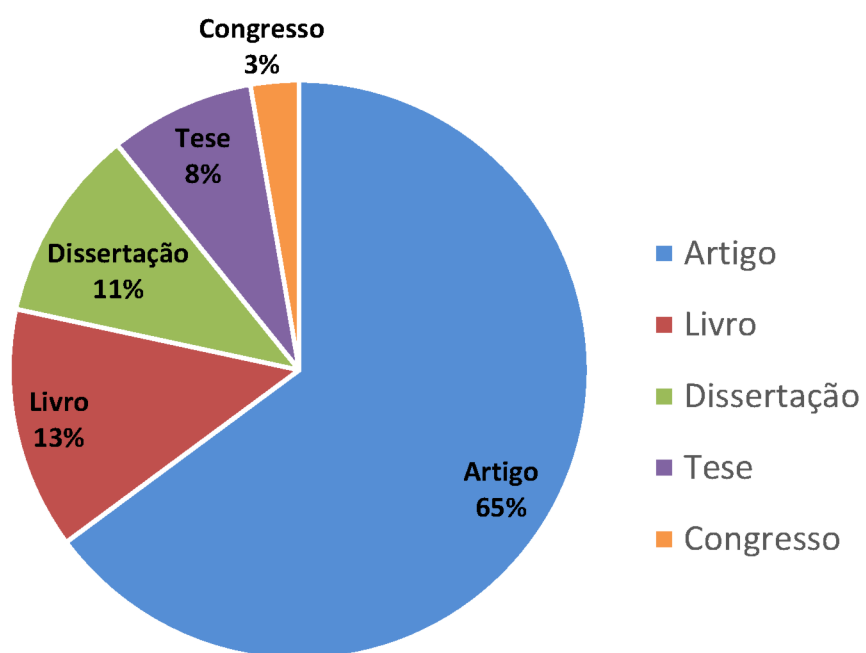
XI, Y. T.; LIU, D. X.; HAN, D. **Improvement of mechanical properties of Martensitic stainless steel by plasma nitriding at low temperature**. Acta Metallurgica Sinica, Percentil Scopus: 87,5%, v. 21, p. 21-29, 2008.

ZAMBON, M. F. **Modificação por Nitretação a Plasma das Superfícies dos Aços AISI-4140, AISI-420C e DIN16MnCr5**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. São Carlos, 2011.

ZANELLA, I. G. **Influência da Potência de Plasma nas Características da Superfície do Aço Inoxidável Martensítico AISI 420 Nitretado a Baixa Temperatura**. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná, 2018.

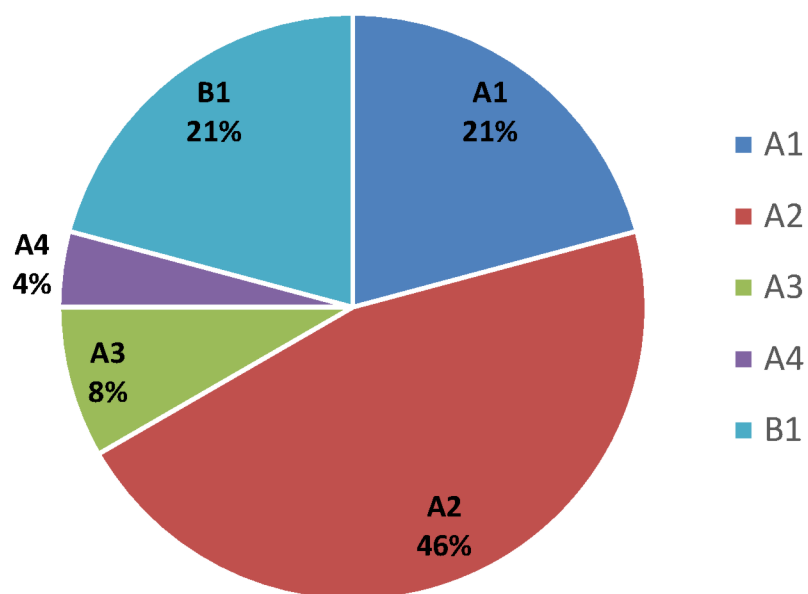
8.2 Referências por Estrato

Distribuição Bibliográfica por Estrato



8.3 Referências por Qualis

Distribuição dos Artigos por Qualis



8.4 Referências por Data dos Artigos

Distribuição por Data dos Artigos

