

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS**

**JOSÉ EDUARDO NUCCI**

**Uma Investigação da Têmpera e Revenimento após Nitretação no**  
**Aço Ferramenta AISI H13**

São Carlos  
2022

---

---

---

**JOSÉ EDUARDO NUCCI**

**Uma Investigação da Têmpera e Revenimento após Nitretação no  
Aço Ferramenta AISI H13**

Versão Corrigida

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Luralice de Campos Franceschini Canale

Co-orientador: Prof. Dr. Jan Vataavuk

São Carlos  
2022

---

---

---

---

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

N964u           NUCCI, JOSÉ EDUARDO  
                  Uma Investigação da Têmpera e Revenimento após Nitretação no Aço Ferramenta AISI H13 / JOSÉ EDUARDO NUCCI; orientadora Profa. Dra. Lauralice de Campos Franceschini Canale; coorientador Prof. Dr. Jan Vataavuk. São Carlos, 2022.

                  Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2022.

                  1. Nitretação plasma. 2. Nitretação a gás. 3. Têmpera em banho de sal.. 4. Têmpera a vácuo. 5. Fadiga térmica. I. Título.

Eduardo Graziosi Silva - CRB - 8/8907

---

---

---

---

## FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Engenheiro **JOSÉ EDUARDO NUCCI**.

Título da tese: " Uma investigação da têmpera e revenimento após nitretação no aço ferramenta AISI H13".

Data da defesa: 09/02/2022.

### Comissão Julgadora

Resultado

*APROVADO*

Profa. Titular **Lauralice de Campos Franceschini Canale**

*APROVADO*

(Orientadora)

(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC-USP)

Prof. Dr. **Givanildo Alves dos Santos**

*APROVADO*

(Instituto Federal de São Paulo /IFSP)

Prof. Titular **Luiz Carlos Casteletti**

*APROVADO*

(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC-USP)

Profa. Dra. **Gisele Fabiane Costa Almeida**

*APROVADO*

(Universidade Presbiteriana Mackenzie/UPM)

Prof. Dr. **Frederico Augusto Pires Fernandes**

*APROVADO*

(Universidade Federal do ABC/UFABC)

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais:  
Prof. Associado **Rafael Salomão**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:  
Prof. Titular **Murilo Araujo Romero**

---

---

---



---

*“Mesmo quando tudo parece desabar,  
cabe a mim decidir entre  
rir ou chorar, ir ou ficar, desistir ou lutar;  
porque descobri, no caminho incerto da vida,  
que o mais importante é o **decidir.**”*

*Cora Coralina*

---

---

---

---

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho a minha esposa, **Débora** e a minha filha **Helena**, pela paciência, compreensão, força, e apoio ao longo período de dedicação no desenvolvimento deste trabalho.*

---

---

---

---

## AGRADECIMENTO

A Deus por iluminar o meu caminho durante todo o desenvolvimento desse trabalho, principalmente sendo o meu fiel companheiro nas viagens semanais de Piracicaba a São Carlos.

A minha família pelo altruísmo, paciência e compreensão nas minhas ausências em momentos importantes de suas vidas devido à dedicação no desenvolvimento da pesquisa, e principalmente, pelo suporte emocional durante as minhas crises de ansiedades e depressões.

Aos meus orientadores: Prof<sup>a</sup>. Doutora Lauralice de Campos Franceschini Canale e Prof. Doutor Jan Vataavuk da Universidade Mackenzie, pela dedicação, paciência e ensinamentos nas orientações durante o desenvolvimento do trabalho.

Aos Senhores João Carmo Vendramim e Romualdo Jorge Krzesimovski da empresa ISOFLAMA Indústria e Comércio de Equipamentos Ltda pelo fornecimento dos serviços de tratamento térmico de têmpera e revenimento a vácuo e tratamento termoquímico de nitretação a plasma aplicado aos corpos de prova.

Aos Senhores Adimilson da Silva e Alexandre Scarparim Santos, da empresa DELPHI *Technologies* de Piracicaba, pelo fornecimento dos serviços de tratamento termoquímico de nitretação a gás aplicado aos corpos de prova.

Aos Senhores Danilo Assad Ludewings e José Alair Pires, da empresa Techniques Surfaces do Brasil (HEF Group), pelo fornecimento dos serviços de tratamento térmico de têmpera em banho de sal aplicado aos corpos de prova.

Ao IFSP – campus Piracicaba, por permitir o meu afastamento total das atividades docentes pelo período de dois anos para que eu pudesse me dedicar “*full time*” ao doutorado.

A todos os funcionários do departamento de engenharia de materiais da EESC/USP e principalmente aos técnicos dos laboratórios: Denilson K. Vila, Pedro L. Di Lorenzo e Douglas G. Bom pelas ajudas nos processos de tratamento térmico, nas preparações das amostras para análises metalográficas, nas inspeções de durezas e microdureza.

Obrigado a todos!

---

---

---

---

## RESUMO

NUCCI, J. E. **Uma Investigação da Têmpera e Revenimento após Nitretação no Aço Ferramenta AISI H13**. 268 p. Tese (doutorado). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2022.

O aço ferramenta AISI H13 apresenta boa combinação de resistência mecânica e tenacidade, sendo usado na fabricação de matrizes de extrusão de alumínio, matrizes de forjamento a quente e moldes para injeção de materiais não ferrosos e polímeros. Estas ferramentas estão sujeitas a tensões de tração e compressão, durante as etapas do processo de aquecimento e resfriamento, que levam à fadiga térmica e também, sofrem desgaste. Para estender a vida útil destas ferramentas novos tratamentos de superfícies vêm sendo pesquisados. No presente trabalho foi estudada a influência do tratamento de têmpera nas propriedades superficiais do aço AISI H13 nitretado. Primeiramente foi realizada nitretação a plasma a 520°C com tempos de 12, 24 e 40 horas e nitretação a gás a 540°C com durações de 42 e 84 horas. Em seguida os aços nitretados foram submetidos ao tratamento de têmpera a vácuo e em banho de sal na temperatura de 1030°C com diferentes tempos de encharque. O tratamento de têmpera a vácuo ou em banho de sal do aço AISI H13 nitretado gerou um aumento na profundidade da camada nitretada provocada pela difusão de nitrogênio em direção ao núcleo do corpo de prova, redução na microdureza ao longo da camada nitretada e um leve aumento na microdureza do núcleo. Nesta nova camada nitretada, formada após têmpera, foi possível identificar, por difração de raios X, redução da intensidade dos picos referente às fases de nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ , aparecimento de novos picos, tais como, fase  $\alpha'$  (martensita), fase austenita retida, novos nitretos, carbonetos e carbonitretos. Verificou-se também a influência do nitrogênio, presente na nova camada nitretada, na dureza superficial, plotando-se a curva de revenido para cinco condições diferentes de tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera. Além disso, analisou-se o gradiente de microdureza na seção transversal dos corpos de prova revenidos a 520°C. A presença do nitrogênio aumentou a dureza superficial do aço em até 1,57 HRC comparado ao aço AISI H13 tratado convencionalmente. Foi ainda realizado o ensaio de fadiga térmica em corpos de prova temperados e revenidos; temperados, revenidos e nitretados; e temperados, revenidos, nitretados e temperados. Os resultados dos ensaios indicaram que os corpos de prova apenas nitretados tiveram menor deformação superficial e maior densidade de trincas superficiais e na seção transversal. Os corpos de prova temperados e revenidos tiveram a menor taxa de propagação de trincas.

---

---

Palavras-chave: Aço AISI H13. Nitretação plasma. Nitretação a gás. Têmpera a vácuo. Têmpera em banho de sal. Fadiga térmica.

---



---

## ABSTRACT

NUCCI, J. E. **An Investigation of Quenching and Tempering after Nitriding in AISI H13 Tool Steel.** 268 p. Tese (doutorado). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2022.

AISI H13 tool steel has a good combination of mechanical strength and toughness, thus, they are used, as examples, in the manufacture of aluminum extrusion dies, hot forging dies and injection molds of non-ferrous materials and polymers. These tools, in practice, are subjected to tensile and compression stresses during the stages of the heating and cooling processes, which lead to thermal fatigue and also suffer wear. To extend the life span of these tools, new surface treatments are being researched. In the present research work, the influence of the quenching treatment on the surface properties of nitrided AISI H13 steel was studied. First, plasma nitriding was performed at 520°C with time durations of 12, 24 and 40 hours and gas nitriding at 540°C with time durations of 42 and 84 hours. Then, nitrided steels were subjected to the treatment of vacuum quenching or in a salt bath quenching from a temperature of 1030°C applying different soaking times. Vacuum and salt-bath quenching applied on nitrided AISI H13 steel generated an increase in the nitrided layer caused by the additional diffusion of nitrogen towards the core of the specimen, reduction in microhardness along the nitrided layer and a slight increase in core microhardness. In this new nitrided layer, formed after quenching, it was possible to identify, by X-Ray diffraction, a reduction in the intensity of the peaks related to the  $\epsilon$  and  $\gamma'$  nitride phases produced after the nitriding, the appearance of new peaks, such as,  $\alpha'$  phase (martensite), retained austenite phase, new nitrides, carbides and carbonitrides. It was also verified the influence of nitrogen, present in the new nitrided layer, on the surface hardness, plotting the tempering curve for five different conditions of combined treatment of nitriding followed by quenching. In addition, the microhardness gradient in the cross-section of specimens tempered at 520°C was analyzed. The presence of nitrogen increased the surface hardness of the steel up to 1.57 HRC compared to conventionally tempered AISI H13 steel. The thermal fatigue test was also carried out on specimens quenched and tempered; quenched, tempered and nitrided; and quenched, tempered, nitrided and quenched. The results indicate that specimens nitride only, had lower surface deformation and higher crack density in the surface and cross-section. The quenched and tempered specimens had the lowest crack propagation rate.

---

---

Keywords: AISI H13 steel. Plasma nitriding. Gas nitriding. Vacuum quenching. Salt bath quenching. Thermal fatigue.

---

---

## LISTA DE FIGURAS

Figura 01: Diagrama Ferro – Nitrogênio.....	50
Figura 02: MEV da seção transversal de um aço carbono mostrando as camadas obtidas por nitretação a plasma por 2h a 550°C.....	53
Figura 03: Profundidade da camada de difusão <i>versus</i> tempo de difusão. ....	56
Figura 04: Variação da espessura da camada branca <i>versus</i> (a) tempo de processo e (b) temperatura de processo. Material: liga de titânio Ti-6Al-4V.....	57
Figura 05: Difusividades e tempos de migrações de solutos substitucionais e intersticiais na ferrita.....	58
Figura 06: Redistribuição do carbono induzido pela difusão do nitrogênio. ....	59
Figura 07: (a) Análise de MEV demonstrando a microestrutura do aço AISI H13 nitretado a plasma, onde: ① camada composta e ② e ③ camadas de difusão; (b) gráfico da porcentagem atômica de nitrogênio e dureza <i>versus</i> profundidade da camada (obtidos da mesma região). ....	60
Figura 08: (a) Relação entre a espessura da camada composta e a % de carbono no metal (b) Relação entre a espessura da camada de difusão e o teor de carbono, ambos para o aço SCM3 (AISI 4135) [tempo de processo, 3 h; na pressão de 5 Torr (~666,6 Pa)] .....	63
Figura 09: Efeito do carbono e da microestrutura do aço En29B na dureza da camada nitretada após a nitretação a plasma por 8 h a 520°C.....	64
Figura 10: Efeito da porcentagem de carbono na espessura das camadas de composto e de difusão no aço SCM3 (AISI 4135) nitretado a plasma à 500°C, por 3h à pressão de 5 Torr (~666,6 Pa). ....	65
Figura 11: Influência de elementos de liga na dureza após nitretação. Liga base 0,35%C, 0,30%Si e 0,70%Mn. ....	67
Figura 12: Influência dos elementos de liga Ti (titânio), Al (alumínio) e Cr (Cromo) na profundidade da camada de nitretação, em uma liga com 0,35%C, 0,30%Si e 0,70%Mn. Nitretação a 520°C por 8h.....	68

---

---

Figura 13: Efeito dos elementos de liga na profundidade da camada nitretado em um aço de baixo carbono e em um aço de baixa liga contendo cromo, ambos nitretados em banho de sal. ....	69
Figura 14: Curva característica da tensão <i>versus</i> corrente para diferentes tipos de descarga.....	71
Figura 15: Representação Esquemática da interação Plasma – superfície quando exposto a descarga anômala. ....	72
Figura 16: Representação esquemática dos principais componentes de um reator de nitretação a plasma. ....	73
Figura 17: Dissociação da amônia e captação de nitrogênio no aço durante a nitretação a gás. ....	75
Figura 18: Reações de nitretação na superfície e subsuperfície.....	76
Figura 19: Microestruturas do aço SAE4140 nitretado a gás (a) estágio único: camada branca 0,005 até 0,0075 mm. (b) dois estágios: ausência de camada branca. Ataque com nital 2%. ....	77
Figura 20: Engrenagens cônicas, fabricadas em aço 20MnCr5, submetida ao processo de nitretação líquida.....	80
Figura 21: (a) Martensita em forma de ripas no aço AISI H13. (b) Austenita retida em forma de lâminas finas (seta) entre as ripas de martensita. Microscopia eletrônica de transmissão.....	87
Figura 22: Efeito da temperatura de austenitização na dureza do aço AISI H13. ....	88
Figura 23: Variações da dureza e da energia de impacto com a temperatura de revenido para o aço AISI H13. ....	89
Figura 24: Relação entre a dureza e a tenacidade a fratura pela temperatura de revenido do aço AISI H11.....	91
Figura 25: Efeito da temperatura de austenitização e da temperatura de revenido no número de carbonetos secundários ....	92
Figura 26: Evolução típica do comprimento da trinca (início, propagação e saturação) vs. número de ciclos térmicos. ....	95

---

---

Figura 27: Macrografia da face do aço X32CrMoV33 (H10) durante o ensaio de fadiga térmica (A) 500 ciclos (B) 1000 ciclos (C) 1500 ciclos.....	98
Figura 28: Micrografia ótica da face do aço X32CrMoV33 (H10) nitretado a plasma após (A) 250 ciclos e (B) 500 ciclos (C) MEV da face após 500 ciclos do ensaio de fadiga térmica .....	98
Figura 29: Micrografia ótica da seção transversal da região nitretada, amostra de aço AISI H11.....	99
Figura 30: Ciclo térmico durante o processo de fundição sob pressão de uma liga de alumínio.....	101
Figura 31: Fluxograma do procedimento experimental do projeto. ....	102
Figura 32: Croqui com as dimensões dos corpos de prova TIPO 01. ....	103
Figura 33: Dimensões dos corpos de prova TIPO 02 usados no ensaio de fadiga térmica.....	104
Figura 34: Fornos usados no tratamento térmico de têmpera e revenimento a vácuo pela empresa ISOFLAMA.....	105
Figura 35: Forno tipo poço usado no processo de nitretação a gás na empresa DELPHI. ....	108
Figura 36: Fornos de nitretação a plasma na empresa Isoflama.....	109
Figura 37: Têmpera em banho de sal realizada na empresa Techniques Sufaces do Brasil; (a) Fornos usados nas etapas de: (1) austenitização a 1030°C e (2) pré-aquecimento a 860°C; (b) amarração dos corpos de prova a serem temperados em banho de sal e (c) corpos de prova após a têmpera em banho de sal.....	112
Figura 38: Forno mufla do laboratório de tratamento térmico da EESC/USP. ....	115
Figura 39: Inspeção de microdureza com microdurômetro marca LEICA®, modelo VMHT MOT, do departamento de engenharia de materiais da EESC/USP. ....	117

---

---

Figura 40: Desenho esquemático da máquina de fadiga térmica do departamento de engenharia de materiais da EESC/USP; a.) vista lateral; b.) vista superior. ....	118
Figura 41: Máquina para ensaio de fadiga térmica do departamento de engenharia de materiais (SMM) da EESC/USP. ....	119
Figura 42: Tela do software da máquina de fadiga térmica. a.) parâmetros de processo. b.) modo de operação da máquina. ....	120
Figura 43: Imagens evidenciando as etapas de aquecimento e resfriamento do ensaio de fadiga térmica. ....	122
Figura 44: Ilustração do termopar tipo K, colocado no centro da bobina de indução e posicionado no interior do corpo de prova.....	123
Figura 45: Croqui da sistemática usada para medição da deformidade dos corpos de prova após ensaio de fadiga térmica.....	124
Figura 46: Microscópio Eletrônico de Varedura (MEV) do SENAI de Itaúna – MG. ....	125
Figura 47: Posicionamento das amostras, no porta-amostra, para inspeção da porcentagem em massa dos elementos químicos do aço AISI H13 por WDS e EDS.....	126
Figura 48: a.) Microscópio Eletrônico de Varedura (MEV) usado nas análises por WDS. b.) Sistemas para microanálise por EDS, acoplado ao MEV. ....	127
Figura 49: a.) Representação da espessura da camada nitretada para o cálculo do ganho de massa do corpo de prova em porcentagem. b.) Balança analítica Shimadzu ATX224, capacidade de 220g x 0,0001g. ....	128
Figura 50: Microestrutura do aço AISI H13 temperado a 1030°C e triplo revenido à 500°C, 600°C e 600°C; ambos em forno a vácuo. Ataque Nital 5%. ....	133
Figura 51: Difratoograma de Raio X do aço AISI H13 Temperado e Revenido (TR). ....	135
Figura 52: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12. Ataque Vilella.....	137
Figura 53: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP40. Ataque Vilella.....	137

---

---

Figura 54: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NG42. Ataque Vilella.....	145
Figura 55: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NG84. Ataque Vilella.....	145
Figura 56: Difratoograma de Raio X do aço AISI H13 submetidos aos tratamentos TR e NG84. ....	147
Figura 57: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12+TBS10. Ataque Nital 5%.....	156
Figura 58: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12+TBS20. Ataque Nital 5%.....	156
Figura 59: Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12+TBS50. Ataque Nital 5%.....	157
Figura 60: Micrografia óptica do aço AISI H13 NG84+TV. Ataque Vilella. ....	162
Figura 61: Micrografia óptica do aço AISI H13 NG84+TBS20. Ataque Vilella. ....	162
Figura 62: a.) Micrografia obtida por microscopia óptica (MO); b.) Micrografia obtida por MEV, ambas do aço H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella. ....	164
Figura 63: a.) Micrografia obtida por MO, na região ① especificada na figura 62; b.) Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn e %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova do aço AISI H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella. ....	166
Figura 64: Difratoograma de Raio X no aço AISI H13: TR, NG84 e NG84+TBS50 realizado na superfície dos corpos de prova. ....	167
Figura 65: a.) Diagrama pseudobinário do sistema Fe-C-Cr para um teor fixo de 5% de Cromo b.) Seção isotérmica do sistema Fe-C-Cr referente à temperatura de 1000°C identificando a região correspondente às composições do aço AISI H13.....	169
Figura 66: Difratoograma de Raio X no aço AISI H13: na condição NG84+TBS50 realizado na superfície (face) do corpo de prova; à 100 µm e à 150 µm da face.....	173

---

- 
- Figura 67: a.) Micrografia obtida por MEV a 100  $\mu\text{m}$  da face (região ② da figura 62);  
b.) composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova do aço AISI H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella..... 175
- Figura 68: a.) Micrografia obtida por MEV a 150  $\mu\text{m}$  da face (região ③ da figura 62);  
b.) Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova do aço AISI H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella..... 176
- Figura 69: Difratoograma de Raio X no aço AISI H13: na condição NG84+TBS50 realizado na superfície (face) do corpo de prova; na profundidade de 0,10 mm da face e na profundidade de 0,15 mm da face. .... 178
- Figura 70: a.) Micrografia obtida por MEV a 500  $\mu\text{m}$  da face (região ④ da figura 62), sendo martensita indicadas pelas setas amarelas e os carbonetos e carbonitretos indicados pelas setas vermelhas; b.) Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella. .... 182
- Figura 71: a.) Micrografia obtida por MEV a 550  $\mu\text{m}$  da face (região ⑤ da figura 62), sendo martensita indicadas pelas setas amarelas e os carbonetos e carbonitretos indicados pelas setas vermelhas; b.) composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella. .... 183
- Figura 72: a.) Micrografia obtida por MEV a 1000  $\mu\text{m}$  da face (região ⑥ da figura 62), sendo as martensita tipo ripas ou escorregada indicadas pelas setas amarela e, em algumas regiões, martensita tipo maclada ou placas indicadas pelas setas pretas; b.) Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella..... 185
-



---

Figura 73: Micrografia obtida por MEV a 2.000 $\mu\text{m}$ da face. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella.....	186
Figura 74: Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova TR.	218
Figura 75: Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NG84. .....	220
Figura 76: Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NP40. .....	221
Figura 77: Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NG84+TBS50.....	223
Figura 78: Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NP40+TBS50. ....	224
Figura 79: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova TR.....	227
Figura 80: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NG84. ....	228
Figura 81: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NP40.....	229
Figura 82: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NG84+TBS50. ....	230
Figura 83: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NP40+TBS50.....	231
Figura 84: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição TR. ....	241
Figura 85: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NG84.....	241

---

---

Figura 86: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NP40. ....	242
Figura 87: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NG84+TBS50. ....	242
Figura 88: Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NP40+TBS50. ....	243
Figura 89: Gráficos da dureza vs. nº de ciclos térmicos. Dados extraídos na seção transversal dos corpos de prova, na região afetada termicamente durante os ensaios de fadiga térmica. A.) medição nos pontos A dos corpos de prova; B.) medição nos pontos B dos corpos de prova; C.) medição nos pontos C dos corpos de prova. D.) seção transversal do corpo de prova usada na medição da dureza. ....	245

---

---

## LISTA DE TABELAS

Tabela 01: Composição química do aço AISI H13.....	48
Tabela 02: Características principais dos nitretos formados com diferentes elementos de liga.....	66
Tabela 03: Fenômenos que ocorrem na interação plasma – superfície.....	72
Tabela 04: Espessuras das camadas nitretadas antes e após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido .....	84
Tabela 05: Parâmetros de processo usados na nitretação gás.....	107
Tabela 06: Parâmetros de processo usados na nitretação a plasma.....	110
Tabela 07: Parâmetros de processo para os CP's TIPO 01 temperados em banho de sal após a nitretação a plasma ou a gás. ....	111
Tabela 08: Parâmetros de processo para os CP's TIPO 02 temperados em banho de sal após a nitretação a plasma ou a gás. ....	113
Tabela 09: Parâmetros de processo para os CP's temperados a vácuo após a nitretação a plasma ou a gás. ....	114
Tabela 10: Combinação de dois ou mais tratamentos térmicos e termoquímicos para levantamento da curva do revenido.....	115
Tabela 11: Nomenclaturas para os tratamentos térmicos e termoquímicos.....	131
Tabela 12: Composição Química do Aço AISI H13 usado neste trabalho .....	132
Tabela 13: Dureza das amostras temperadas e revenidas em forno a vácuo .....	134
Tabela 14: Relação entre o ganho de massa em gramas e ganha de massa em porcentagem gerada pela absorção de nitrogênio nos corpos de prova nitretados a plasma. ....	144
Tabela 15: Profundidade da camada nitretada dos CP's submetidos aos tratamentos NG42 e NG84.....	146

---

---

Tabela 16: Profundidade da camada nitretada e microdureza na região abaixo da camada de difusão no aço AISI H13 nitretado pelos processos NP12, NP24, NP40, NG42 e NG84.....	152
Tabela 17: Relação entre o ganho de massa em gramas e ganho de massa em porcentagem gerado pela absorção de nitrogênio nos corpos de prova nitretados a gás.....	154
Tabela 18: Micordureza média após os tratamentos combinados de Nitretação + têmpera para os seguintes processos NP12 (referência), NP12+TBS10, NP12+TBS20, NP12+TBS50 e NP12+TV.....	158
Tabela 19: Gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio (medição por WDS) em pontos específicos da camada nitretada no aço AISI H13: NP12, NP12+TV e NP12+TBS10.....	160
Tabela 20: Comparação dos parâmetros elementares dos picos do difratograma da figura 64, referente às fases martensita revenida (Fe- $\alpha'$ ) e martensita (Fe- $\alpha'$ ) no aço AISI H13 TR e NG84+TBS50 respectivamente.....	168
Tabela 21: Variáveis A e B para os precipitados VX.....	170
Tabela 22: Temperatura para dissolução completa dos precipitados VN e VC na matriz ferrosa em diferentes profundidades da camada nitretada (na face, a 100 e a 150 $\mu\text{m}$ da face) nos corpos de prova NG84+TBS50 obtidas por cálculos termodinâmicos.....	171
Tabela 23: Posição dos picos, com as respectivas fases, apresentado na figura 66, referente ao difratograma de Raio X realizado na superfície (face) do corpo de prova; na profundidade de 0,10 mm da face e na profundidade de 0,15 mm da face no aço AISI H13 na condição NG84+TBS50.....	174
Tabela 24: Posição dos picos, com as respectivas fases, apresentado na figura 69, referente ao difratograma de Raio X realizado na profundidade de 350 $\mu\text{m}$ , 500 $\mu\text{m}$ e 2,0 mm da face da face do corpo de prova aço AISI H13 na condição NG84+TBS50.....	179
Tabela 25: Temperatura para dissolução completa dos precipitados VN e VC na matriz ferrosa em diferentes profundidades da camada nitretada (a 500, a	

---

---

550 e a 1000 $\mu\text{m}$ da face do corpo de prova) nos corpos de prova NG84+TBS50 obtidas por cálculos termodinâmicos. ....	181
Tabela 26: Microdureza média após os tratamentos combinados de nitretação + têmpera para os seguintes processos NG84 (referência), NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV .....	191
Tabela 27: Gradiente da porcentagem de nitrogênio em específicos pontos da camada nitretada após os tratamentos NG84, NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.....	194
Tabela 28: Distribuição média da porcentagem de carbono após os tratamentos NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.....	196
Tabela 29: Aumento na dureza superficial após o tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera na temperatura de revenido de 520°C ..	199
Tabela 30: Médias das deformações plásticas nas superfícies dos corpos de prova em função do número de ciclos térmicos. ....	215
Tabela 31: Comprimento da menor trinca detectado nas faces dos corpos de prova após o ensaio de fadiga térmica.....	225
Tabela 32: Taxa de propagação da densidade das trincas $\partial\rho\partial N$ para cada grupo de corpos de prova.....	234

---

---

---

---

## LISTA DE GRÁFICOS

- Gráfico 01: Perfil da microdureza e da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelo processo NP12. .... 139
- Gráfico 02: Perfil da microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelo processo NP24. .... 140
- Gráfico 03: Perfil da microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelo processo NP40. .... 141
- Gráfico 04: Comparação do gradiente de microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelos processos NP12, NP24 e NP40. .... 142
- Gráfico 05: Ganho de massa de nitrogênio em função do tempo de nitretação nos corpos de prova de aço H13 submetidos aos tratamentos NP12, NP24 e NP40. .... 143
- Gráfico 06: Gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) e da porcentagem média de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada do aço H13 NP12. .... 144
- Gráfico 07: Perfil da microdureza em função da profundidade da camada do aço AISI H13 submetido ao tratamento NG42. .... 148
- Gráfico 08: Perfil da microdureza e da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) em função da profundidade da camada do aço AISI H13 submetido ao tratamento NG84. .... 149
- Gráfico 09: Perfil da porcentagem em massa de carbono e da porcentagem em massa de nitrogênio (ambos obtidos por WDS) em função da profundidade da camada do aço H13 nitretado pelo processo NG84. ... 150
- Gráfico 10: Comparação dos perfis da microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13: NP12, NP24, NP40, NG42 e NG84. .... 152
-

---

Gráfico 11: Ganho de massa de nitrogênio em função do tempo de nitretação nos corpos de prova de aço H13 submetidos aos tratamentos NG42 e NG84. ....	153
Gráfico 12: Gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) e a porcentagem média de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada do aço H13 NG84. ....	153
Gráfico 13: Perfil da microdureza em função da profundidade da camada do aço H13 submetido aos tratamentos NP12, NP12+TV e NP12+TBS10. ....	158
Gráfico 14: Perfil da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada do aço H13 submetido aos tratamentos NP12, NP12+TV e NP12+TBS10. ....	159
Gráfico 15: Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada do aço AISI H13 NG84+TBS10. ....	187
Gráfico 16: a.) Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada. b.) Gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono em função da profundidade da camada nitretada. Aço H13 NG84+TBS20. ....	188
Gráfico 17: a.) Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada. b.) Gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono em função da profundidade da camada nitretada. Aço H13 NG84+TBS50. ....	189
Gráfico 18: a.) Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada. b.) Gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono em função da profundidade da camada nitretada. Aço H13 NG84+TV. ....	190
Gráfico 19: Microdureza vs. profundidade da camada nitretada. Aço H13 submetido aos tratamentos NG84, NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV. ....	193
Gráfico 20: a.) Porcentagem de nitrogênio vs. profundidade da camada nitretada; b.) Porcentagem de carbono vs. profundidade da camada nitretada. Aço H13	

---



---

submetido aos tratamentos NG84, NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.....	197
<b>Gráfico 21:</b> Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NG84+TBS50 + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.....	199
Gráfico 22: Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NG84+TV + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.....	200
Gráfico 23: Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NP40+TBS50 + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.....	200
Gráfico 24: Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NP40+TV + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.....	201
Gráfico 25: Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NP12+TBS50 + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.....	201
Gráfico 26: Dureza vs. Tempo de revenimento para o aço H13 com e sem nitrogênio na microestrutura revenido a 590°C.....	202
Gráfico 27: Curvas de revenido (microdureza vs. temperatura de revenido) do aço inoxidável 12%Cr: (a) aços 0,01%C (b) 0,1%C e 0,3%N, (c) aços 0,3%C e 0,3%N (% em massa).....	203
Gráfico 28: Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NG84 + TBS50 + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova. ....	205
Gráfico 29: Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NG84 + TV + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova. ....	205
Gráfico 30: Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NP40 + TBS50 + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova. ....	206

---

---

Gráfico 31: Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NP40 + TV + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova. ....	206
Gráfico 32: Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NP12 + TBS50 + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova. ....	207
Gráfico 33: Temperatura média máxima e mínima nos corpos de prova submetidos aos tratamentos TR, NP40, NG84, NP40+TBS50 e NP40+TBS50 durante os ciclos de clivagem térmica. ....	210
Gráfico 34: Variação das temperaturas médias internas e externas nos corpos de prova TR durante os ciclos de clivagem térmica. ....	212
Gráfico 35: Médias das deformações plásticas nas superfícies dos corpos de prova em função do número de ciclos térmicos. ....	214
Gráfico 36: Gráficos da evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova: a.) Todos os tratamentos aplicados, b.) TR, c.) NP40, d.) NG84, e.) NG84+TBS50, f.) NP40+TBS50. ....	233
Gráfico 37: Gráfico da taxa de propagação da densidade das trincas ( $\frac{\partial \rho}{\partial N}$ ) vs. grupo de corpos de prova. ....	234
Gráfico 38: Comparativo da (a.) Deformação nas faces longitudinais vs. número de ciclos térmicos; (b.) Evolução das trincas térmicas vs. número de ciclos térmicos; nos corpos de prova TR, NP40, NG84, NP40+TBS50 e NG84+TBS50. ....	239

---

---

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIações

A – Ampere  
Å – Angstrom  
AISI – American Iron and Steel Institute  
Bar – Unidade de Pressão  
C45 – Aço médio carbono equivalente ao SAE1045  
CAD – Computer Aided Design  
CCC – Estrutura Cúbica de Corpo Centrada  
CFC – Estrutura Cúbica de Face Centrada  
CIF – Ficha Cristalográfica  
CP – Corpo de Prova  
DIN – Deutsches Institut für Normung  
DRX – Difractometria de raio x  
EDS – Energy Dispersive Spectrometer  
FWHM – Full Width at Half Maximum  
HB – Brinell Hardness  
HC – Estrutura Hexagonal Compacta  
HCHSS – High Carbon High Speed Tool Steel  
HRC – Rockwell Hardness – scale C  
HTGN – High Temperature Gas Nitriding  
HV – Vickers Microhardness  
ICSD – Inorganic Crystal Structures Database  
JCPDS – Joint Committee on Powder Diffraction Standards  
kVA – Quilovolt-Ampere  
LTPN – Low Temperature Plasma Nitriding  
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura  
MO – Microscopia Ótica  
M<sub>s</sub> – Temperatura de Inicio de Formação da Martensita  
NADCA – North American Die Casting Association  
°C – Graus Celsius  
Pa – Pascal (Unidade de Pressão)  
PLC – Programmable Logic Controller

---

---

Rz – Unidade de rugosidade  
SAE – Society of Automotive Engineers  
SHTPN – Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding  
TCC – Estrutura Tetragonal de Corpo Centrado  
Torr – Unidade de Pressão  
u.a. – Unidade de Área  
V – Volt  
WDS – Wavelength Dispersive Spectrometer  
 $\rho$  – Densidade de Trinca  
 $\alpha$  – Ferrita  
 $\gamma$  – Austenita  
 $\gamma'$  – nitreto  $\text{Fe}_4\text{N}$   
 $\varepsilon$  – nitreto  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$   
 $\zeta$  – nitreto  $\text{Fe}_2\text{N}$   
 $\alpha''$  – nitreto  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$   
 $\text{Fe}_3\text{C}$  – Cementita  
 $\text{NH}_3$  – Amônia  
MC – Carbonetos  
 $\text{M}_2\text{C}$  – Carbonetos  
 $\text{M}_7\text{C}_3$  – Carbonetos  
TR – Temperado e Triplo Revenimento;  
NP12 – Nitretação a Plasma a  $520^\circ\text{C}$  x 12h (80%  $\text{N}_2$  + 20%  $\text{H}_2$ )  
NP24 – Nitretação a Plasma a  $520^\circ\text{C}$  x 24h (80%  $\text{N}_2$  + 20%  $\text{H}_2$ )  
NP40 – Nitretação a Plasma a  $520^\circ\text{C}$  x 40h (80%  $\text{N}_2$  + 20%  $\text{H}_2$ )  
NG42 – Nitretação a Gás a  $540^\circ\text{C}$  x 42h (100%  $\text{NH}_3$ )  
NG84 – Nitretação a Gás a  $540^\circ\text{C}$  x 84h (100%  $\text{NH}_3$ )  
NP12+TV – NP12 + Têmpera a Vácuo a  $1030^\circ\text{C}$  x 40 min.  
NP24+TV – NP24 + Têmpera a Vácuo a  $1030^\circ\text{C}$  x 40 min.  
NP40+TV – NP40 + Têmpera a Vácuo a  $1030^\circ\text{C}$  x 40 min.  
NP12+TBS10 – NP12 + Têmpera em Banho de Sal a  $1030^\circ\text{C}$  x 10 min.  
NP12+TBS20 – NP12 + Têmpera em Banho de Sal a  $1030^\circ\text{C}$  x 20 min.  
NP12+TBS50 – NP12 + Têmpera em Banho de Sal a  $1030^\circ\text{C}$  x 50 min.  
NP24+TBS10 – NP24 + Têmpera em Banho de Sal a  $1030^\circ\text{C}$  x 10 min.

---

---

NP24+TBS20 – NP24 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.

NP24+TBS50 – NP24 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.

NP40+TBS50 – NP40 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.

NG42+TV – NG42 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.

NG42+TBS10 – NG42 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 10 min.

NG42+TBS20 – NG42 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.

NG42+TBS50 – NG42 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.

NG84+TV – NG84 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.

NG84+TBS10 – NG84 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 10 min.

NG84+TBS20 – NG84 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.

NG84+TBS50 – NG84 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.

---

---

---

---

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	43
2. OBJETIVOS .....	46
2.1. Objetivo Geral .....	46
2.2. Objetivos Específicos .....	46
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	47
3.1. Aço Ferramenta para Trabalho a Quente.....	47
3.1.1. Aço AISI H13 .....	48
3.2. Nitretação .....	49
3.2.1. Estrutura Cristalina dos Nitretos de Ferro .....	49
3.2.2. Processo de Difusão .....	53
3.2.3. Estrutura da Camada Nitretada .....	59
3.2.3.1. Camada de Composto.....	60
3.2.3.2. Camada de Difusão.....	61
3.2.4. Influência do Carbono na Nitretação .....	62
3.2.5. Influência dos Elementos de Liga na Nitretação.....	65
3.2.6. Processos Industriais de Nitretação .....	69
3.2.6.1. Nitretação a Plasma .....	69
3.2.6.2. Nitretação a Gás.....	74
3.2.7. Nitretação Líquida ou Nitretação em Banhos de Sais .....	78
3.2.8. Outros Processos de Nitretação.....	81
3.2.8.1. Nitretação Gasosa em Altas Temperaturas .....	81
3.2.8.2. Nitretação Seguida de Tratamento Térmico de Têmpera e Revenimento.....	82
3.3. Têmpera e Revenido.....	85

---

---

3.3.1.	Têmpera em Aço Ferramenta para Trabalho a Quente.....	86
3.3.2.	Revenimento em Aço Ferramenta para Trabalho a Quente.....	88
3.4.	Fadiga Térmica .....	92
3.4.1.	Influência da Nitretação na Fadiga Térmica .....	96
3.5.	Temperatura de Trabalho em Matriz para Fundição Sob Pressão.....	100
4.	MATERIAIS E MÉTODOS .....	102
4.1.	Material.....	103
4.2.	Corpos de Prova.....	103
4.3.	Tratamentos Térmicos e Tratamentos Termoquímicos .....	105
4.3.1.	Têmpera e Revenimento em Forno a Vácuo.....	105
4.3.1.1.	Têmpera a Vácuo .....	105
4.3.1.2.	Revenimento a Vácuo .....	106
4.3.2.	Nitretação a Gás.....	107
4.3.3.	Nitretação a Plasma .....	108
4.3.4.	Têmpera Após a Nitretação .....	110
4.3.4.1.	Têmpera em Banho de Sal Sobre a Camada Nitretada .....	110
4.3.4.2.	Têmpera a Vácuo Sobre a Camada Nitretada .....	113
4.3.5.	Revenimento: Identificação da Temperatura de Endurecimento Secundário.....	114
4.4.	Ensaio de Caracterização Mecânica .....	116
4.4.1.	Ensaio de Dureza .....	116
4.4.2.	Ensaio de Microdureza .....	116
4.4.3.	Ensaio de Fadiga Térmica.....	117
4.4.3.1.	Máquina de Fadiga Térmica .....	117
4.4.3.2.	Parâmetros Usados no Ensaio de Fadiga Térmica .....	120
4.4.3.3.	Realização do Ensaio de Fadiga Térmica .....	121

---



---

4.4.3.4. Medição da Deformidade Superficial dos Corpos de Prova Após o Ensaio de Fadiga Térmica .....	123
4.5. Ensaaios de Caracterização Microestrutural .....	124
4.5.1. Microscopia Óptica .....	124
4.5.2. Microscopia Eletrônica de Varedura (MEV) .....	125
4.5.3. Espectroscopia por Dispersão de Comprimento de Onda (WDS) e Espectometria por Dispersão de Energia (EDS) .....	125
4.5.4. Pesagem dos Corpos de Prova .....	127
4.5.5. Difração de Raio X .....	129
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	131
5.1. Análise Química do Aço AISI H13 .....	132
5.2. Têmpera e Revenido em Forno a Vácuo .....	132
5.2.1. Análise por Microscopia Ótica e Difração de Raio X .....	134
5.3. Nitretação .....	135
5.3.1. Nitretação a Plasma .....	136
5.3.1.1. Análise da Microestrutura .....	136
5.3.1.2. Análise da Microdureza .....	138
5.3.1.3. Aumento da Massa dos Corpos de Prova Após Nitretação a Plasma ... .....	142
5.3.2. Nitretação a Gás .....	144
5.3.2.1. Análise da Microestrutura .....	145
5.3.2.2. Difração de Raio X .....	146
5.3.2.3. Análise da Microdureza .....	148
5.3.2.4. Aumento da Massa dos Corpos de Prova Após Nitretação a Gás ..	152
5.4. Têmpera Sobre a Camada Nitretada .....	155
5.4.1. Têmpera Sobre a Camada Nitretada pelo Processo NP12 .....	155

---

---

5.4.1.1. Microestrutura.....	155
5.4.1.2. Microdureza.....	157
5.4.2. Têmpera (a Vácuo e em Banho de Sal) Após Nitretação pelo Processo NG84 .....	161
5.4.2.1. Caracterização Microestrutural.....	161
5.4.2.2. Análise da Microdureza, Porcentagem de Nitrogênio e Porcentagem de Carbono.....	186
5.4.2.2.1. Microdureza.....	191
5.4.2.2.2. Porcentagem de Nitrogênio e de Carbono .....	193
5.5. Curvas de Revenimento .....	198
5.6. Ensaio de Fadiga Térmica.....	209
5.6.1. Temperatura Máxima e Mínima Atingida Durante o Ensaio.....	209
5.6.2. Deformação Plástica nas Faces Laterais dos Corpos de Prova .....	214
5.6.3. Oxidação nas Faces Laterais dos Corpos de Prova.....	216
5.6.4. Análise das Trincas nas Superfícies Longitudinais.....	225
5.6.4.1. Análise das Trincas nos Corpos de Prova TR .....	234
5.6.4.2. Análise das Trincas nos Corpos de Prova NP40 e NG84.....	235
5.6.4.3. Análise das Trincas nos Corpos de Prova NG84 + TBS50 e NP40 + TBS50 .....	237
5.6.5. Análise das Trincas nas Seções Transversais .....	239
5.6.6. Dureza na Seção Transversal Após os Ciclos Térmicos.....	244
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	247
7. CONCLUSÕES .....	251
8. PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS.....	253
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	254

---

## 1. INTRODUÇÃO

O setor industrial em geral busca produtividade e qualidade com o menor custo, principalmente no setor metal mecânico onde a competitividade é muito grande. Para uma empresa sobreviver no mercado globalizado deve investir em tecnologia e inovação e assim desenvolver novos processos com produtividade e repetibilidade. Nos últimos anos, os requisitos de resistência e desempenho das ferramentas tornaram-se cada vez mais exigentes. Isto está diretamente relacionado com projeto de ferramentas, seleção de materiais e otimização do tratamento térmico (PODGORNIK et al., 2018). Nas indústrias metal mecânica uma variável que influencia na produtividade e repetibilidade de um processo de fabricação é a vida útil de uma ferramenta, seja esta de corte, de conformação, de extrusão, de injeção, etc.

Bayramoglua, Polat e Geren (2008) relatam que, em um processo de forjamento do tipo matriz fechada, o custo da matriz está intimamente relacionado com a vida útil dela, que pode ser definido como o número de produtos produzidos com a mesma ferramenta. Além disso, o custo da matriz é de cerca de 30% do custo total do processo de fabricação. Assim, um aumento de 100% na vida útil pode reduzir o custo total por volta de 15%. Para Lavtar et al. (2011) as despesas com moldes de forjamento a quente representam de 8 e 15% do custo final do produto, sendo que as avarias inesperadas resultam em um aumento de até 30% nos custos de produção. Assim, o desafio dos engenheiros de manufatura é prever e possivelmente prolongar a vida em serviço da matriz tanto quanto possível. A capacidade de produção de um molde de forjamento a quente é de aproximadamente 50.000 peças (LAVTAR et al. 2011), de uma matriz de fundição pode atingir 300.000 peças fundidas e um molde de injeção é capaz de produzir mais de 100.000 peças (CHEN et al., 2014; KLOBCAR; TUSEK, 2008; KLOBCAR et al. 2008).

Parcerias entre empresas, centros de pesquisas e universidades têm possibilitado o desenvolvimento de novos materiais e novos tratamentos térmicos e termoquímicos com objetivo de aumentar a vida útil das ferramentas em geral. O presente trabalho teve o apoio das empresas:

---

- 
- i. ISOFLAMA Indústria Comércio de Equipamentos Ltda (Indaiatuba) para realização dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento em forno a vácuo e do tratamento termoquímico de nitretação a plasma.
  - ii. Techniques Surfaces do Brasil - HEF Group (Diadema) para realização do tratamento térmico de têmpera em banho de sal.
  - iii. DELPHI Automotive Systems (Piracicaba) para a realização do tratamento termoquímico de nitretação a gás.

Um novo conceito de indústria começou a surgir em meados de 2012 com a chamada de Quarta Revolução Industrial ou Indústria 4.0, visando as principais inovações tecnológicas dos campos de automação, controle e tecnologia da informação, aplicadas aos processos de manufatura, para tornar os processos de manufatura cada vez mais eficientes, autônomos e customizáveis (SILVEIRA, 2014).

Para se ter processos de manufatura eficientes e eficazes precisa-se de ferramentas isentas de avarias, principalmente no que diz respeito ao desgaste abrasivo, a erosão, a deformação plástica, a fadiga térmica e mecânica. Assim, estudos são realizados, continuamente, para melhorar as propriedades mecânicas e tribológicas dos aços ferramentas submetidos a diferentes tratamentos de superfície, sendo eles individuais ou pela combinação de dois.

Neste contexto, a literatura atual disponibiliza estudos com alterações dos parâmetros de processos nos tratamentos termoquímicos de nitretação, tais como:

- ◆ Processo de nitretação em aços ferramentas com diferentes combinações de parâmetros de processo, pesquisados por: Pérez e Belzunce (2016), Das et al. (2016) e Xu et al. (2016).
    - ◆ Processo de nitretação a plasma em baixas temperaturas (Low Temperature Plasma Nitriding - LTPN), pesquisados por: Gontijo et al. (2007), Kurelo et al. (2015) e Sanjuán (2015);
    - ◆ Processo de nitretação a gás em altas temperaturas (High Temperature Gas Nitriding - HTGN), pesquisados por: López, Falleiros e Tschiptschin (2007), Tschiptschin, Garzón e López (2007), Mesa, Garzón e Tschiptschin (2010), López, Falleiros e Tschiptschin (2011);
  - ◆ Processo de nitretação duplex, no qual combina-se nitretação a gás em altas temperaturas (HTGN) com nitretação a plasma em baixa
-

---

temperatura (LTPN), aplicando-se no aço inoxidável UNS S31803, pesquisado por: Tschiptschin et al. (2017).

Embora muito se tenha pesquisado sobre parâmetros de tratamentos térmicos (anterior à nitretação) e do processo de nitretação de aços ferramenta, pouco ainda se sabe sobre a influência do tratamento térmico de têmpera e revenido realizado após o tratamento superficial de nitretação em aços para trabalho a quente do tipo AISI H13.

Assim, neste trabalho foi avaliado o efeito do tratamento térmico de têmpera e revenimento após a nitretação com o intuito de verificar a redistribuição do nitrogênio na microestrutura do aço AISI H13, redesenhar a curva do revenido e também submetê-lo ao ensaio de fadiga térmica, gerando subsídios para o possível desenvolvimento de um novo processo para este aço.

---

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. Objetivo Geral

Investigar os efeitos dos tratamentos térmicos de têmpera, a vácuo e em banho de sal, e de revenimento no aço ferramenta para trabalho a quente AISI H13 nitretado pelos processos de nitretação a plasma e a gás.

### 2.2. Objetivos Específicos

- Analisar a espessura e a microestrutura da camada de composto e da camada de difusão no aço AISI H13 apenas nitretado, comparando-a com o mesmo aço submetido aos tratamentos de nitretado seguida de têmpera por meio da microscopia ótica, microscopia eletrônica por varredura (MEV), difração de raio X (DRX), dureza e microdureza;
  - Quantificar e avaliar o nitrogênio, na camada nitretada, pelas técnicas de espectroscopia por dispersão de comprimento de onda (WDS) e pesagem, nos corpos de prova apenas nitretados e nitretados mais temperados;
  - Redesenhar a curva de revenimento do aço AISI H13 submetido aos tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera e revenimento, comparando-a com a curva de revenido do mesmo aço temperado e revenido e com os dados obtidos na literatura;
  - Realizar ensaio de fadiga térmica no aço AISI H13 nas condições: temperado e revenido; temperado, revenido e nitretado; e temperado, revenido, nitretado e temperado.
-

---

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Aço Ferramenta para Trabalho a Quente

Os aços ferramentas para trabalho a quente formam um grupo especial de aços destinados à fabricação de moldes, matrizes, punções e outras ferramentas utilizadas em processos de moldagem e/ou conformação de metal em alta temperatura. São classificados pelo sistema AISI como aços do grupo H (classe *Hot*) e têm com principal elemento de liga: cromo, tungstênio ou molibdênio. Assim, são divididos em três grupos (ROBERT; KRAUSS; KENNEDY, 1998):

- Aço para trabalho a quente ao cromo: neste grupo estão os aços H10, H11, H12, H13, H14 e H19;
- Aços para trabalho a quente ao tungstênio: neste grupo estão os aços H21, H22, H23, H24, H25 e H26;
- Aços para trabalho a quente ao molibdênio: neste grupo tem-se apenas o aço H42.

Dentre os aços desta classe, os aços H11 e H13 são os mais utilizados na indústria metal mecânica. O aço H11 é utilizado na indústria desde a década de 1930, enquanto que, a utilização do aço H13 se deu por volta da década de 1970. Ambos possuem composição química semelhantes, apresentando a diferença na porcentagem de Vanádio (V): teor médio, em massa, de 0,45% para o H11 e 0,90% para o H13 (MESQUITA et al., 2008).

Segundo Vendramim (2014) a composição química composta por médio teor de carbono, variando entre 0,37% e 0,42% e por outros elementos de liga que são fortes formadores de carbonetos, tais como cromo e vanádio, corrobora para as excelentes propriedades oferecidas por esses aços, tais como: resistência a impacto em altas temperaturas, resistência ao amolecimento durante exposição a altas temperaturas e resistência à fadiga térmica. Além disso, a presença de elementos de liga neste aço assegura excelente temperabilidade.

Ferramentas, moldes e matrizes fabricados com estes aços, em operações práticas, estão sujeitas às tensões mecânicas e térmicas. As propriedades mais essenciais para estes tipos de aços são: resistência à trinca gerada por fadiga térmica, ductilidade, tenacidade, usinabilidade, condutividade térmica, resistência à

---

---

deformação e resistência ao amolecimento (ROBERT, KRAUSS e KENNEDY, 1998).

### 3.1.1. Aço AISI H13

A composição química do aço AISI H13, de acordo com a norma ASTM A681 - 08 (2008), está representada na tabela 01.

**Tabela 01:** Composição química do aço AISI H13.

	C	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	S
Mín.	0,32	0,20	0,80	4,75	1,10	0,80	--	--
Máx.	0,45	0,60	1,25	5,50	1,75	1,25	0,030	0,030
Composição química expressa em % massa								

Fonte: ASTM A681 - 08 (2008)

A porcentagem média de carbono e a porcentagem elevada dos elementos de liga fazem com que o aço AISI H13 apresentem boa tenacidade com alta dureza, mantendo estas propriedades trabalhando em temperaturas até 600°C. (KRAUSS, 2005; ASM HANDBOOK, 1990).

As propriedades dos aços ferramenta dependem de uma composição química equilibrada e do próprio processo de fabricação, em especial o processo de tratamento térmico, que define a microestrutura final do aço. Em geral, as propriedades requeridas, principalmente referentes à dureza e a tenacidade, são adquiridas pelo controle dos parâmetros do tratamento térmico, tais como: temperatura e tempo de austenitização, subsequentes meios de resfriamento e múltiplos revenimento. Vendramim (2014) relata que o tratamento térmico final de moldes e matrizes fabricadas em aço AISI H13, contendo normalmente 5% de Cr e significativa quantidade de outros elementos de liga, requer experiência e compreensão das mudanças de fase e tensões associadas que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento. Ramezani et al. (2015) e Li, Chen e Huo (2015) também desenvolveram trabalho com aço AISI H13. A dureza do aço ferramenta AISI H13 varia com os requisitos da sua aplicação. Para matrizes de extrusão a

---



---

dureza recomendada é de 43 – 52 HRC, para moldes de fundição 44 – 50 HRC e para matrizes de forjamento 40 – 55 HRC (AL-QAWABEHA, 2017).

Estas propriedades foram levadas em consideração, na escolha deste aço, para o desenvolvimento do trabalho.

### **3.2. Nitretação**

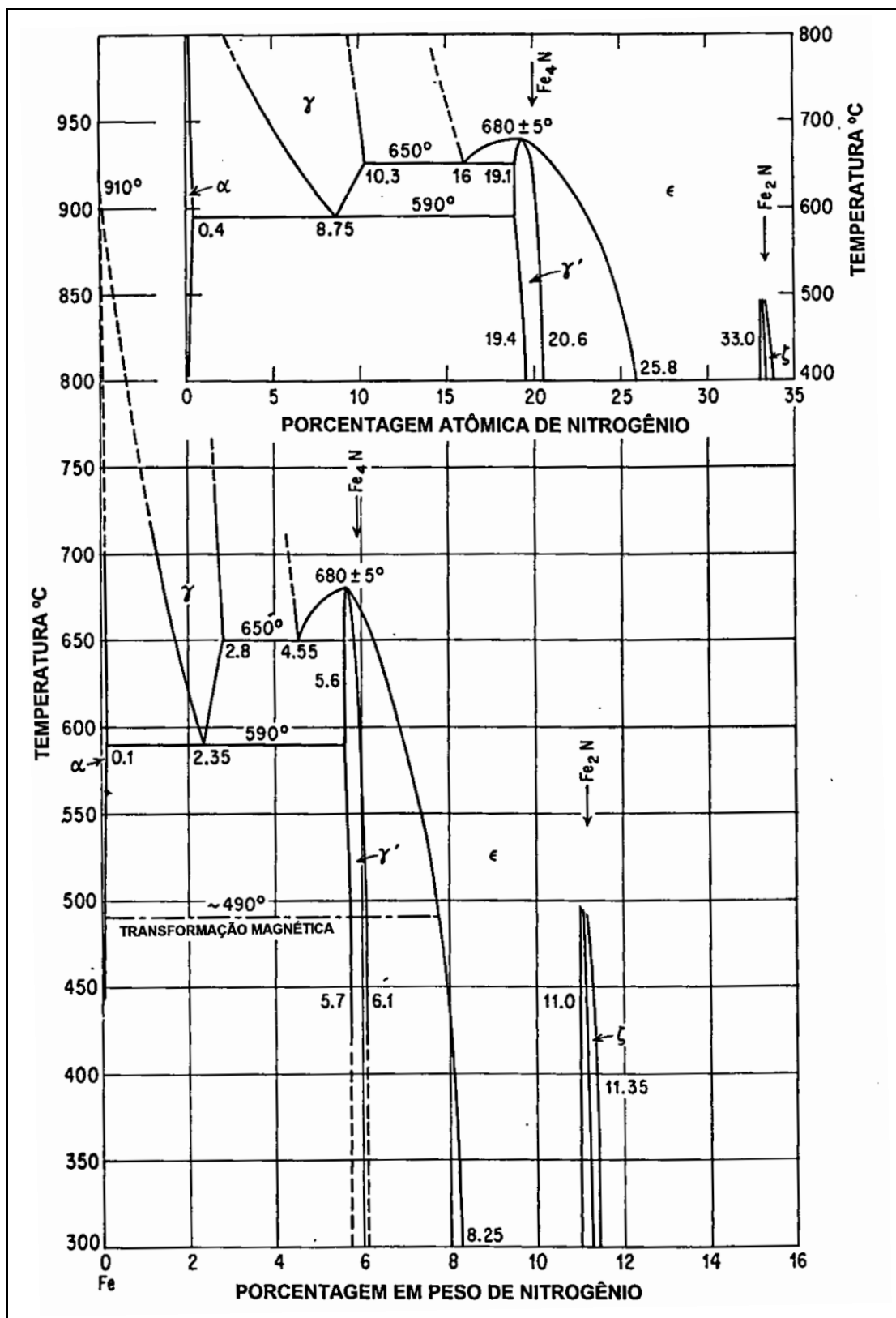
A nitretação é um tratamento termoquímico de difusão de nitrogênio, na forma atômica, da superfície para o núcleo das peças de ligas ferrosas, e geralmente, para os aços, ocorrem em temperaturas inferiores a 590°C. O nitrogênio atômico reage com os elementos de liga contidos nos aços formando nitretos de elevada dureza e resistência ao desgaste (KRAUSS, 2005). Segundo Thelning (1984) a difusão do nitrogênio, combinado com o ferro e elementos de liga, forma microconstituintes como nitretos que modificam as propriedades físicas e mecânicas da superfície da peça. Durante o tratamento de nitretação, a camada nitretada pode ser composta por duas camadas, denominada por: camada de composto ou camada branca e camada de difusão.

#### **3.2.1. Estrutura Cristalina dos Nitretos de Ferro**

Na figura 01 representa-se o diagrama de fase Ferro – Nitrogênio, que foi elaborado inicialmente por Fry e corrigido posteriormente por Eisenhut, Kaupp e Cohrer. Neste diagrama são indicadas as regiões de equilíbrio dos possíveis microconstituintes formados nos aços nitretados (BARREIRO, 1985). O diagrama de equilíbrio mostra que o controle da difusão de nitrogênio é crítico para o sucesso do processo (PYE, 2003).

---

Figura 01: Diagrama Ferro – Nitrogênio.



Fonte: Hansen (1958)

---

Analisando-se o diagrama Fe – N (figura 01), é possível identificar as seguintes fases:

**Fase  $\alpha$  - Ferrita:** também conhecida como ferro  $\alpha$  (Fe- $\alpha$ ), apresenta estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), permanece estável até a temperatura abaixo de 910°C. A máxima solubilidade do nitrogênio na Fase Fe- $\alpha$  é da ordem de 0,10% em peso na temperatura de 590°C. A solubilidade decai para aproximadamente 0,001% em peso quando a temperatura diminui para 100°C (PYE, 2003). Já, ultrapassando o limite de solubilidade do nitrogênio na Fase Fe- $\alpha$ , inicia-se a formação de compostos intermetálicos definidos como nitretos;

**Fase  $\gamma$  – Austenita:** também conhecida com ferro  $\gamma$  (Fe- $\gamma$ ), apresenta estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC). A máxima solubilidade do nitrogênio na austenita é de 2,8% em peso na temperatura de 650°C.

**Fase  $\gamma'$  – Fe<sub>4</sub>N:** apresenta estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), semelhante à austenita ( $\gamma$ ), situando-se em uma pequena faixa estequiométrica entre 5,7 e 6,1% em peso de nitrogênio a 450°C e com estabilidade térmica até 680°C (ASM HANDBOOK, 1992). Possui maior tenacidade, menor dureza e menor resistência ao desgaste em relação ao nitreto  $\epsilon$  – Fe<sub>2-3</sub>N. Além disso, esta fase tem uma temperatura de Curie de 490°C (JACK e JACK, 1973) e apresenta excelentes propriedades magnéticas com magnetização de saturação entre 1,8 e 1,9 tesla (YAMAGUCHI et al., 2000).

**Fase  $\epsilon$  – Fe<sub>2-3</sub>N:** ultrapassando o limite de solubilidade do nitrogênio na fase  $\gamma'$  inicia-se a formação de nitreto  $\epsilon$  com estrutura cristalina hexagonal compacta (HC). Este nitreto apresenta porcentagem em peso de nitrogênio de 8 a 11%. É mais frágil que o nitreto  $\gamma'$  – Fe<sub>4</sub>N. À temperatura ambiente, a fase  $\epsilon$  é ferromagnética para concentrações de nitrogênio de 17,5 a 30% em porcentagem atômica e paramagnética para concentrações de nitrogênio de 16,1 a 17,5% (30 a 33,3% em porcentagem atômica). O aumento da concentração de nitrogênio de 33,3 para 33,9%, em porcentagem atômica, produz uma distorção anisotrópica da estrutura cristalina do nitreto  $\epsilon$  formando o nitreto  $\zeta$ -Fe<sub>2</sub>N com estrutura cristalina ortorrômbica (SHAAF, 2002; DECRISTOFARO; KAPLOW, 1977; MEKATA; YOSHIMURA; TAKAKI, 1972).

---

---

**Fase  $\zeta$  –  $\text{Fe}_2\text{N}$**  : este nitreto aparece em uma faixa estreita com porcentagem de Nitrogênio em massa de 11,1 a 11,3% (33,3 a 33,9% atômico). Jack (1951) relata em seu trabalho de pesquisa que na fase  $\epsilon$ , quando a concentração dos átomos de Nitrogênio nos interstícios é aumentada de 49,3 para 49,8 átomos de nitrogênio por 100 átomos de ferro ocorre uma descontinuidade estrutural na estrutura cristalina desta fase. Não há alteração nas posições dos átomos de ferro, mas ocorre uma pequena distorção anisotrópica da rede  $\epsilon$  que reduz a simetria, gerando uma nova estrutura cristalina ortorrômbica, denominada fase  $\zeta$  –  $\text{Fe}_2\text{N}$ , sendo que os átomos de nitrogênio movimentam-se para interstícios vazios abaixo ou acima dos interstícios ocupados inicialmente. Jack (1948) conseguiu identificar as dimensões dos parâmetros de rede da célula unitária ortorrômbica da fase  $\zeta$  nos limites de homogeneidade inferior (11,1% em peso de Nitrogênio) e superior (11,3% em peso de Nitrogênio). Os parâmetros de rede encontrados foram:

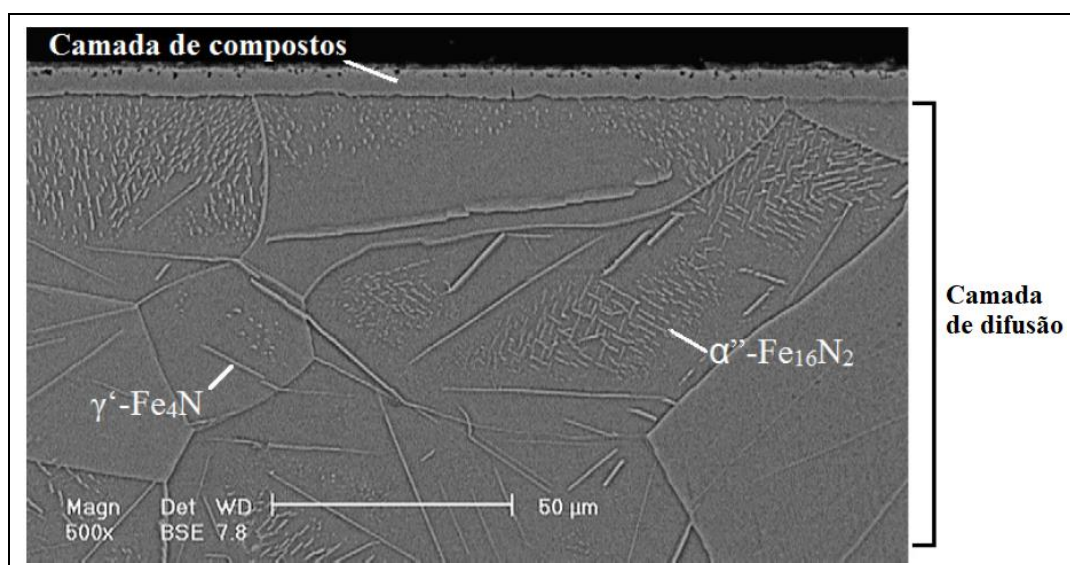
- Para 11,1%N  $\rightarrow a = 2,758 \text{ \AA}$ ;  $b = 4,818 \text{ \AA}$ ;  $c = 4,416 \text{ \AA}$ ;
- Para 11,3%N  $\rightarrow a = 2,756 \text{ \AA}$ ;  $b = 4,820 \text{ \AA}$ ;  $c = 4,416 \text{ \AA}$ .

Jack (1948) comparou estas dimensões com as dimensões da célula unitária Hexagonal Compacta do nitreto  $\epsilon$  com seu limite de homogeneidade superior (11,0% em peso de Nitrogênio), isto é,  $a = 2,759 \text{ \AA}$ ;  $b = 4,778 \text{ \AA}$ ;  $c = 4,411 \text{ \AA}$ , os átomos de ferro ocupam as mesmas posições na célula unitária em ambas as fases, mas a distorção anisotrópica ocorre aproximadamente na composição de  $\text{Fe}_2\text{N}$ .

**Fase  $\alpha''$  –  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$**  : este nitreto é obtido no revenido da martensita Fe–N em temperatura inferior a 200°C. Durante o resfriamento lento ele precipita na matriz ferrítica na forma de pequenas plaquetas (INOKUT; NISHIDA; ÔHASHI, 1975), este processo obtém-se o nitreto  $\alpha''$  –  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  na decomposição da martensita ( $\alpha'$ ) em  $\gamma'$  –  $\text{Fe}_4\text{N}$ . Embora  $\alpha''$  seja uma fase de transição, esta fase é relativamente estável e tem uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) destorcida da estrutura martensítica original (JACK, 1951). A imagem deste nitreto é ilustrada na figura 02.

---

**Figura 02:** MEV da seção transversal de um aço carbono mostrando as camadas obtidas por nitretação a plasma por 2h a 550°C.



Fonte: adaptado de Hosseini e Ashrafizadeh (2011)

### 3.2.2. Processo de Difusão

A difusão é o processo de migração de átomos individuais dentro dos materiais. Ocorre em gases, líquidos e sólidos e, conseqüentemente, em aços e outros sistemas metálicos. A difusão é de imensa importância para a maioria dos processos de tratamentos térmicos e, portanto, alguma apreciação dos mecanismos e leis de difusão pode ajudar a compreender muitos tratamentos térmicos e termoquímicos, incluindo cementação e descarbonetação, nitretação e recozimento (THELNING, 1984).

Nos processos de difusão termoquímica, elementos como carbono, nitrogênio ou boro são difundidos em superfícies metálicas com o objetivo de melhorar as propriedades tribológicas dos componentes metálicos. Nos fornos de tratamento térmicos atuais, os elementos químicos a serem difundidos, em geral, resultam de gases que reagem a altas temperaturas com as superfícies metálicas. Esta pode ser uma reação térmica e química pura como consequência da dissociação térmica dos gases. Com o processo a plasma tem-se um ganho na velocidade da reação, resultando em um grande aumento na transferência de massa (GRAFEN; EDENHOFER, 2005).

---

No diagrama de equilíbrio de ferro-nitrogênio (figura 01) pode-se analisar o processo de difusão baseado na solubilidade do nitrogênio no ferro. A análise estatística de Boltzmann aplicada ao movimento atômico permite estabelecer a intensidade de difusão atômica nos materiais. A dependência da difusividade com a temperatura é mostrada pela equação de Arrhenius, equação 01:

$$D = D_0 \cdot e^{\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right)} \quad (01)$$

Onde:

D – Coeficiente de difusão [  $cm^2/s$  ]

$D_0$  – Constante independente da temperatura [  $cm^2/s$  ]

Q – Energia de Ativação do processo de difusão [  $kJ/mol$  ]

T – Temperatura absoluta [ K ]

R – Constante universal dos gases [  $8,314 J/mol \cdot K$  ]

A partir da equação 01 observa-se a concomitância da difusão com a energia de ativação e a temperatura. A energia de ativação é um fator determinante para que uma reação química aconteça, tendo ainda, grande influência na velocidade da reação, de tal modo que altos valores de energia de ativação correspondem a uma baixa difusividade (VENDRAMIM, 2004).

A difusão também ocorre devido a um diferencial de concentração que produz a força motriz necessária para o processo de difusão. Uma variável que assume importância fundamental no processo de difusão é a solubilidade do soluto na matriz. Assim, solubilidade maior significa um maior fluxo atômico. A expressão básica para a dependência da difusão no gradiente de concentração é dada pela Primeira Lei de Fick (THELNING, 1984), que é dada por:

$$J = -D \cdot \frac{\delta C}{\delta X} \quad (02)$$

---

---

Onde:

J – Fluxo de difusão [ átomos / s.cm<sup>2</sup> ]

D – Coeficiente de difusão [ cm<sup>2</sup> / s ]

C – ( $\delta C$ ) Gradiente de concentração atômica [ átomos / cm<sup>3</sup> ]

X – ( $\delta X$ ) Gradiente de distância [ cm ]

Estudos matemáticos de difusão de Einstein mostraram que a profundidade da camada média de difusão (**X**) em centímetro (cm) é calculada por (THELNING, 1984):

$$X = \sqrt{2 \cdot D \cdot t} \quad (03)$$

Onde:

X – profundidade da camada [ cm ]

D – coeficiente de difusão [ cm<sup>2</sup> / s ]

t – tempo [ s ]

Esta equação pode ser aplicada na prática para obter uma estimativa de quanto a difusão pode prosseguir em certo tempo quando os átomos migram em uma direção (THELNING, 1984). Substituindo:

$$\sqrt{2 \cdot D} = k \quad (04)$$

Tem-se:

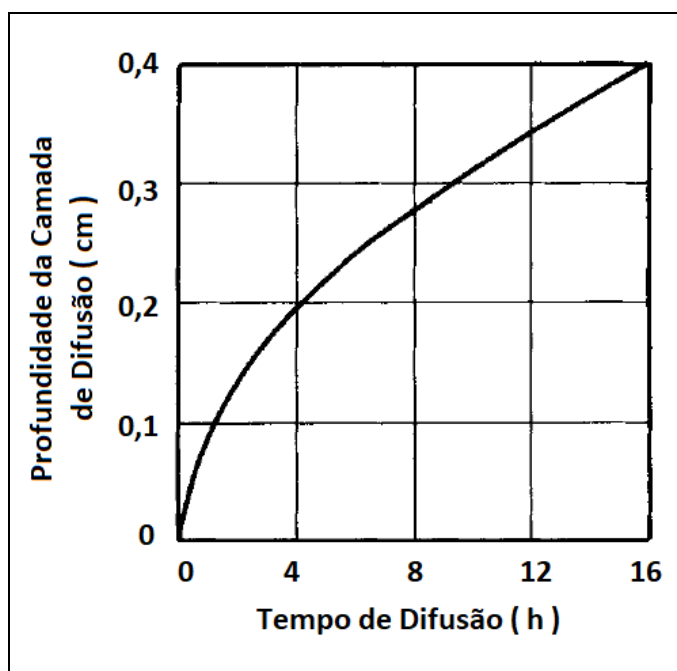
$$X = k \cdot \sqrt{t} \quad (05)$$

Segundo Li, Bell e Dong (2002) a espessura da camada nitretada é determinada pelo gradiente do nitrogênio, pela temperatura e pelo tempo usado no tratamento de nitretação. Se o tempo e a temperatura do tratamento são mantidos fixos, a profundidade de penetração do nitrogênio depende somente do gradiente de concentração. Se a temperatura é mantida fixa e o meio tem uma concentração consistente do elemento desejado (neste caso nitrogênio), a profundidade de penetração somente dependerá do tempo, segundo a equação 05.

---

A equação 05 é considerada fundamental para a maioria dos processos de difusão. Na figura 03 pode-se ver o efeito da aplicação da equação 05 mostrando a dependência da profundidade da camada de difusão pelo tempo de difusão.

**Figura 03:** Profundidade da camada de difusão *versus* tempo de difusão.



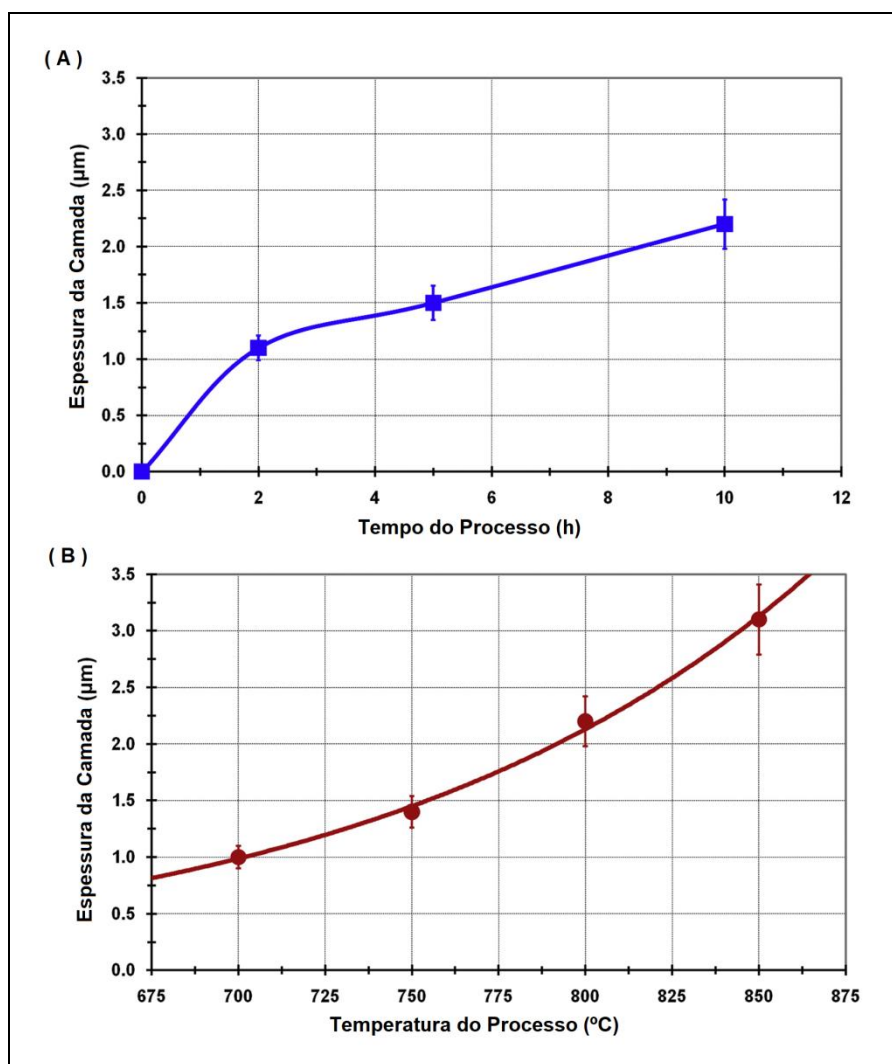
Fonte: Thelning (1984)

Hosseini e Ahmadi (2013), estudando os efeitos da temperatura e do tempo de nitretação a plasma, na caracterização da liga Ti-6Al-4V, verificaram que o aumento da temperatura do processo levam a um aumento da profundidade de difusão e da espessura da camada branca. A figura 04.a mostra a variação da espessura da camada branca, pelo tempo do processo de 2 até 10 horas à temperatura constante de 800°C. Na figura 04.b pode-se ver a variação da espessura da camada branca em função da variação da temperatura do processo de 700 até 850°C, permanecendo constante o tempo de processo em 10 horas. Analisando estes gráficos, é evidente que o efeito da temperatura do processo é significativamente maior do que o do tempo do processo. Além disso, a variação da espessura da camada em função do tempo de processo é uma curva em forma de parábola. Assim, no caso da nitretação a plasma da liga Ti-6Al-4V, o crescimento da camada branca, mantendo-se a temperatura constante, segue a regra de difusão parabólica, conforme apresentado pela equação 05. Hosseini e Ashrafizadeh (2011)



também evidenciaram a relação parabólica da profundidade da camada de difusão em função do tempo do processo de nitretação ao realizar nitretação a plasma em ferro de alta pureza a uma temperatura de 550°C em uma atmosfera de 75%(vol.) de H<sub>2</sub> e 25%(vol.) de N<sub>2</sub> por diferentes tempos de encharque.

**Figura 04:** Variação da espessura da camada branca *versus* (a) tempo de processo e (b) temperatura de processo. Material: liga de titânio Ti-6Al-4V

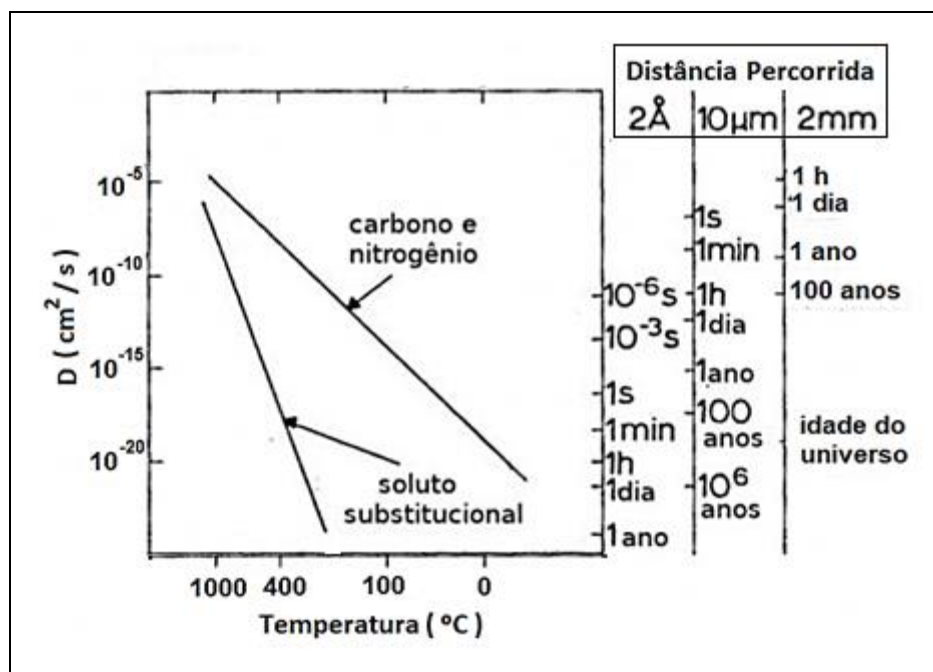


Fonte: Hosseini e Ahmadi (2013)

Comparando o processo de difusão que ocorre na cementação com o que ocorre na nitretação, na cementação a difusão ocorre no campo gama onde a solubilidade dos intersticiais é superior. Já na nitretação é realizada no campo de estabilidade da ferrita, que possui uma baixa solubilidade para elementos de liga intersticiais como, por exemplo, o nitrogênio (VENDRAMIM, 2004).

Como os átomos de nitrogênio são menores que os átomos da matriz ferrítica, na nitretação, um dos mecanismos de endurecimento é por solução sólida intersticial. No entanto, este aumento de dureza é muito pequeno se comparado ao endurecimento por precipitação. Os átomos intersticiais se movem muito mais rápido do que os átomos substitucionais na microestrutura, como ilustrado na figura 05. Os átomos de nitrogênio (ou carbono) podem percorrer vários milímetros na matriz do ferro, dissolvendo-se intersticialmente, enquanto que elementos de liga como Mn, Mo, V e Cr podem se mover apenas algumas distâncias atômicas, formando nitretos, carbonetos ou carbonitretos (DIEHL, 2017).

**Figura 05:** Difusividades e tempos de migrações de solutos substitucionais e intersticiais na ferrita.



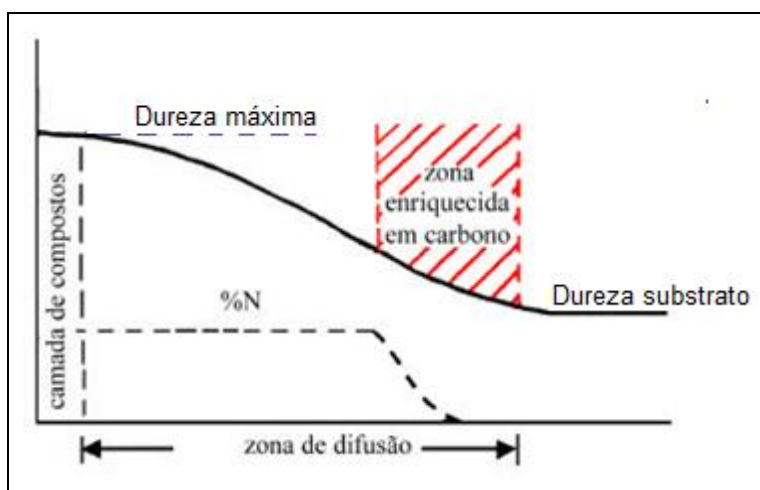
Fonte: adaptado de Jack e Jack (1973)

Dependendo da taxa de resfriamento, após o tratamento termoquímico de nitretação seguido do processo de envelhecimento em ferro puro e/ou em aços carbono, o nitrogênio presente na zona de difusão pode estar na forma de solução sólida na matriz ou já precipitado em forma nitretos do tipo  $\alpha''$  -  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  e  $\gamma'$  -  $\text{Fe}_4\text{N}$  (VENDRAMIM, 2004).

Segundo Lightfoot e Jack (1973) apud Franco Jr. (2003) tensões residuais são geradas com a saturação de nitrogênio na matriz ferrítica e com precipitação de

nitretos, principalmente CrN em aços contendo cromo como principal elemento de liga. Estas tensões residuais são responsáveis pela redistribuição dos átomos de carbono, gerados pela instabilidade da cementita ou carbonetos complexos como  $(Fe,Cr)_7C_3$  na matriz ferrítica durante o processo de nitretação. Com a introdução de nitrogênio, estes empurram os átomos de carbono para regiões livres de tensões gerando assim, descarbonetação na superfície da peça e formando uma região rica em carbono em direção ao núcleo, onde ocorre novamente a precipitação destes carbonetos ricos em elementos de liga, à frente da camada nitretada. Um esquema deste fenômeno é representado na figura 06.

**Figura 06:** Redistribuição do carbono induzido pela difusão do nitrogênio.

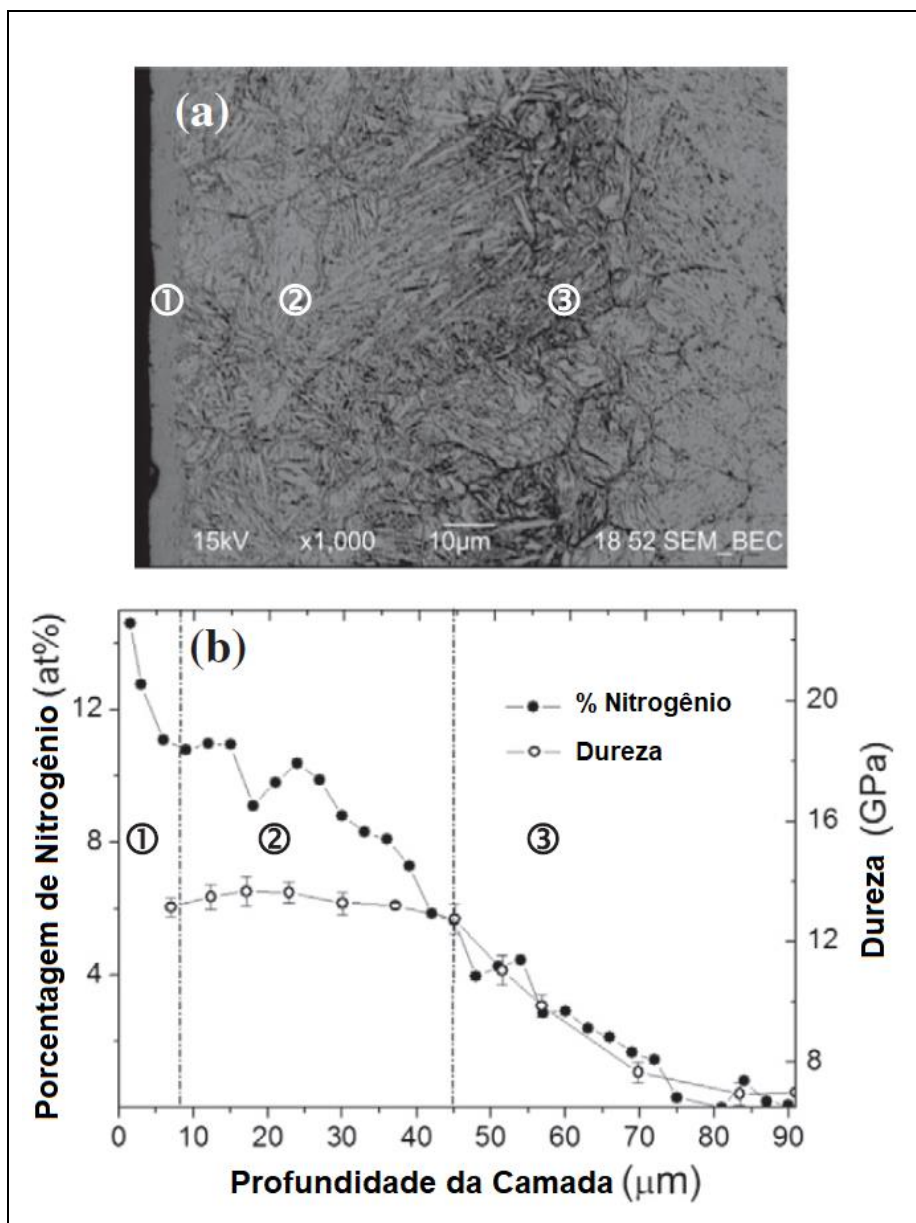


Fonte: Adaptado de Franco Jr. (2003)

### 3.2.3. Estrutura da Camada Nitretada

A camada nitretada formada na superfície da peça durante o processo de nitretação é gerada pela difusão do nitrogênio na estrutura cristalina. O nitrogênio atômico se difunde através dos interstícios da ferrita devido o seu raio atômico ser suficientemente menor comparando-o com o do ferro. Quando a rede cristalina é saturada de nitrogênio, este reage com os elementos de liga (Al, Cr, Mo, V, W, Ti, Nb) presentes no aço formando nitretos. Durante este tratamento, duas camadas diferentes podem ser formadas: a camada de composto ou camada branca e a camada de difusão (figura 07).

**Figura 07:** (a) Análise de MEV demonstrando a microestrutura do aço AISI H13 nitretado a plasma, onde: ① camada composta e ② e ③ camadas de difusão; (b) gráfico da porcentagem atômica de nitrogênio e dureza *versus* profundidade da camada (obtidos da mesma região).



Fonte: Jacobsen et al. (2015)

### 3.2.3.1. Camada de Composto

A camada de composto, que é a mais externa, geralmente consiste de nitretos de ferro, tais como:  $\epsilon$  -  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  ou  $\gamma'$  -  $\text{Fe}_4\text{N}$  ou uma mistura das duas fases ( $\epsilon$  +  $\gamma'$ ) (JACOBSEN et al., 2015; BASSO et al., 2009). A profundidade e a composição

---

química desta camada devem ser especificadas de acordo com a aplicação do componente nitretado.

A camada de composto formada apenas com nitreto  $\epsilon - \text{Fe}_{2-3}\text{N}$  apresenta melhores propriedades quanto à resistência ao desgaste e fadiga. Já esta camada, quando formada apenas por nitreto  $\gamma' - \text{Fe}_4\text{N}$ , apresenta maior tenacidade e consequentemente é mais resistente quando se deseja aplicações em situações de carga severa, mas menos resistente ao desgaste (VÁZQUEZ; RAMÍREZ; JUÁREZ, 2017; BELL, 1991). Agora, quando esta camada é formada por ambas as fases ( $\epsilon - \text{Fe}_{2-3}\text{N}$  e  $\gamma' - \text{Fe}_4\text{N}$ ), a diferença na estrutura cristalina destes nitretos ( $\epsilon - \text{HC}$  e  $\gamma' - \text{CFC}$ ) geram tensões residuais relativamente maiores o qual resulta menor tenacidade podendo gerar microfissuras sob tensões aplicadas (AKHTAR; ARIF; YILBAS, 2012). Assim, a resistência à corrosão e as propriedades tribológicas do aço nitretado são determinadas pela camada de composto (CASTRO; FERNÁNDEZ-VICENTE; CID, 2007; DONG-CHERNG, 2009; JACOBSEN et al., 2016).

Jacobsen et al. (2016) estudando a influência da densidade de corrente na nitretação a plasma no aço AISI H13, verificou que nitretando este aço a baixas temperaturas (400 e 430°C) forma-se apenas a fase  $\epsilon - \text{Fe}_{2-3}\text{N}$  na camada de composto, já a 480°C observou uma mistura das fases  $\epsilon - \text{Fe}_{2-3}\text{N}$  e  $\gamma' - \text{Fe}_4\text{N}$ .

Segundo Alves Jr. (2001) consegue-se evitar a formação da camada de composto, durante o processo de nitretação, se a concentração de nitrogênio na mistura estiver abaixo de 10%.

### 3.2.3.2. Camada de Difusão

A camada de difusão é formada abaixo da camada de composto, consistindo de uma solução sólida e por finos precipitados de nitretos (carbonitretos) de ferro, na qual o nitrogênio ocupa posições intersticiais na matriz ferrítica, distorcendo a estrutura e formando a martensita de nitrogênio (JACOBSEN et al., 2016; JACOBSEN et al., 2015; BASSO et al., 2009). Esta camada é responsável pela dureza nos aços nitretados, consequência dos precipitados de nitretos, em profundidades maiores do que as alcançadas pela camada branca (DIEHL, 2017). Como efeito da diminuição no teor de nitrogênio difundido, o endurecimento do material gradualmente diminui em direção ao núcleo do substrato, como pode ser visto na figura 07. A profundidade da camada em questão depende do gradiente de

---

---

concentração de nitrogênio, do tempo e da temperatura de tratamento e da composição química do material a ser nitretado (O`BRIEM, 1991).

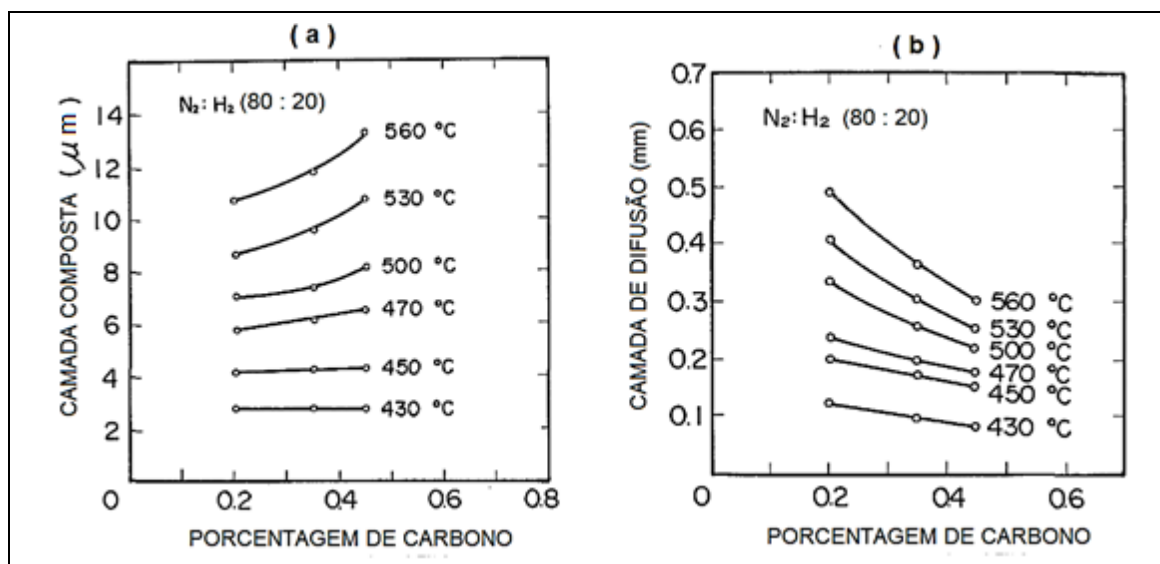
Sun e Bell (1991) relatam que na formação da camada de difusão, além da difusão do nitrogênio da superfície em direção ao núcleo da peça, várias reações ocorrem simultaneamente na zona de difusão, tais como: precipitação de nitretos metálicos, saturação de nitrogênio na matriz ferrítica, geração de tensões residuais, redistribuição de carbono e formação de fases nos contornos de grãos. A camada de difusão, também, é responsável por garantir o desempenho do material quanto à fadiga.

#### **3.2.4. Influência do Carbono na Nitretação**

A presença do carbono nos aços aumenta a espessura da camada de compostos e diminui a camada de difusão, uma vez que o carbono no metal tende a dificultar a difusão do nitrogênio (CHO; LEE, 1980). Este aumento de espessura da camada de compostos é justificado pela formação da fase  $\epsilon$  que possui uma maior faixa de solubilidade que a fase  $\gamma'$ , tornando-se um carbonitreto de ferro. Quanto à camada de difusão, ela é diminuída pelo retardamento da difusão do nitrogênio, provocado por um estágio adicional de dissolução de carbonetos anterior à formação de nitretos (ALVES JR., 2001). Sendo assim, aços com baixos teores de carbono favorecem a difusão do nitrogênio e a elevação da dureza, pois os elementos de liga poderão se ligar ao nitrogênio ao invés de formarem carbonetos com o carbono presente no material. Sakamoto (2018) evidenciou a redução na profundidade da zona de difusão de nitrogênio para os aços da família 43XX aumentando a porcentagem de carbono. A figura 08.a mostra o aumento da espessura da camada composta com o aumento da temperatura acima de 450°C e na figura 08.b evidencia-se a espessura da camada de difusão diminuindo com o aumento da porcentagem de carbono para o aço SCM3 (aço equivalente ao SAE4135).

---

**Figura 08:** (a) Relação entre a espessura da camada composta e a % de carbono no metal (b) Relação entre a espessura da camada de difusão e o teor de carbono, ambos para o aço SCM3 (AISI 4135) [tempo de processo, 3 h; na pressão de 5 Torr (~666,6 Pa)]



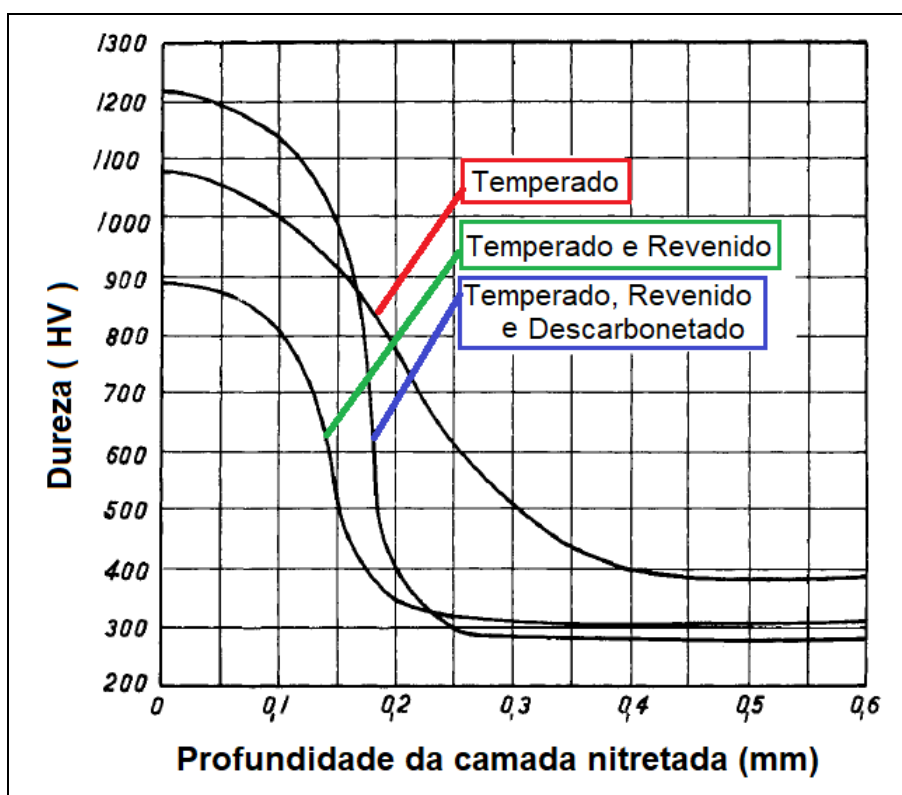
Fonte: adaptado de Cho e Lee (1980)

O forte efeito inibidor do carbono na difusão do nitrogênio, também pode ser verificado na figura 09 onde o aço En29B (composição química em massa: %C: 0,25 ~ 0,35; %Mn: 0,40 ~ 0,70; %Si: 0,10 ~ 0,35; %P:  $\leq$  0,035; %S:  $\leq$  0,015; %Cr: 2,50 ~ 3,50; %Ni: 0,30 ~ 0,60 e %Mo: 0,30 ~ 0,70) passou por três processos de tratamentos térmicos antes de ser nitretado:

- ◆ Apenas temperado;
- ◆ Temperado e revenido;
- ◆ Temperado, revenido e com descarbonetação superficial.

Observa-se que a maior dureza superficial foi obtida no aço descarbonetado, o que se deve a eliminação do carbono da superfície, pois os elementos de liga que anteriormente estavam na forma de carbonetos, ficam disponíveis para a formação de nitretos na presença de nitrogênio. No aço revenido, os elementos estão ligados ao carbono devido à precipitação de carbonetos, o que explica a menor dureza da camada nitretada (THELNING, 1984).

**Figura 09:** Efeito do carbono e da microestrutura do aço En29B na dureza da camada nitretada após a nitretação a plasma por 8 h a 520°C.

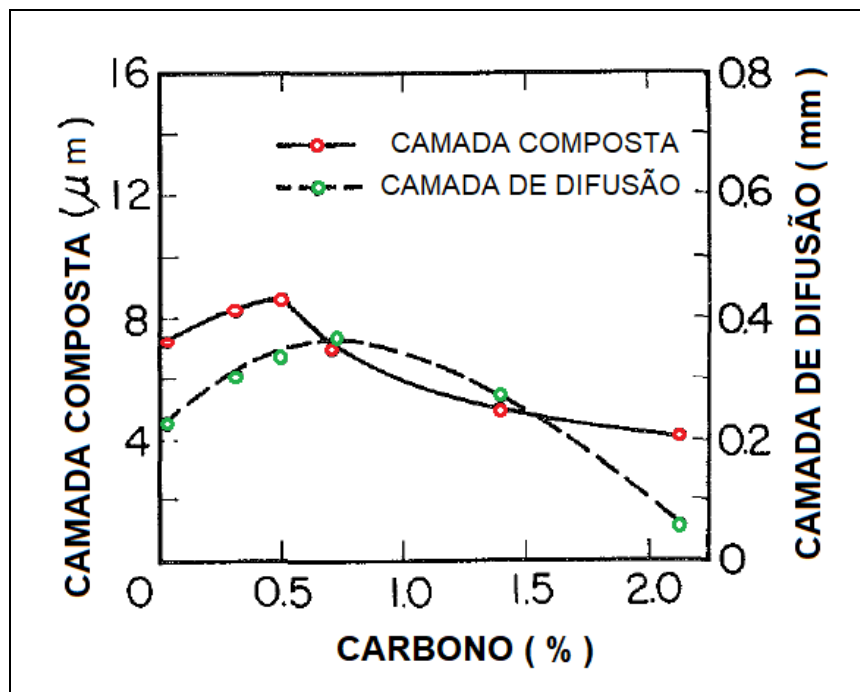


Fonte: Thelning (1984)

Até certa porcentagem, o carbono não influencia na difusão do nitrogênio, não interferindo no crescimento da camada de compostos, nem na camada de difusão. No entanto, acima de um determinado valor, a competição entre os átomos intersticiais, carbono e nitrogênio, resulta em variação da cinética de difusão do nitrogênio (THELNING, 1984). O carbono dificulta a difusão do nitrogênio, provocando o seu acúmulo na superfície. Cho e Lee (1980), ainda estudando o efeito da porcentagem de carbono na espessura da camada de composto e da camada de difusão, injetou gás propano na mistura gasosa de  $N_2$  (80%) e  $H_2$  (20%) usado no processo de nitretação a plasma. Assim, adicionando carbono no aço SCM3 (aço equivalente ao SAE4135), a máxima espessura da camada de composto,  $\epsilon$  monofásica, ocorre para 0,5 % de carbono (% atômica), e a espessura máxima da camada de difusão,  $\gamma' + Fe_3C$  polifásica, ocorre para 0,7 % de carbono (% atômica), como se pode verificar na figura 10.



**Figura 10:** Efeito da porcentagem de carbono na espessura das camadas de composto e de difusão no aço SCM3 (AISI 4135) nitretado a plasma à 500°C, por 3h à pressão de 5 Torr (~666,6 Pa).



Fonte: Cho e Lee (1980)

O retardamento da difusão do nitrogênio também ocorre em um estágio inicial de dissolução dos carbonetos pelo nitrogênio para formação de carbonitretos. Em consequência disto, como já evidenciado, a introdução de carbono na liga aumenta a espessura da camada de compostos e diminui a camada de difusão (CHO; LEE, 1980; THELNING, 1984).

### 3.2.5. Influência dos Elementos de Liga na Nitretação

Os aços ferramenta para trabalho a quente contêm vários elementos de liga formadores de nitretos que afetam diretamente a difusão do nitrogênio no processo de nitretação, tais como: cromo (Cr), vanádio (V), silício (Si), Molibidênio (Mo), alumínio (Al), titânio (Ti) e tungstênio (W). Na tabela 02 encontram-se as principais características dos nitretos de elementos de liga normalmente encontrados em aços nitretados (GOLDSCHIMIDT, 1967).

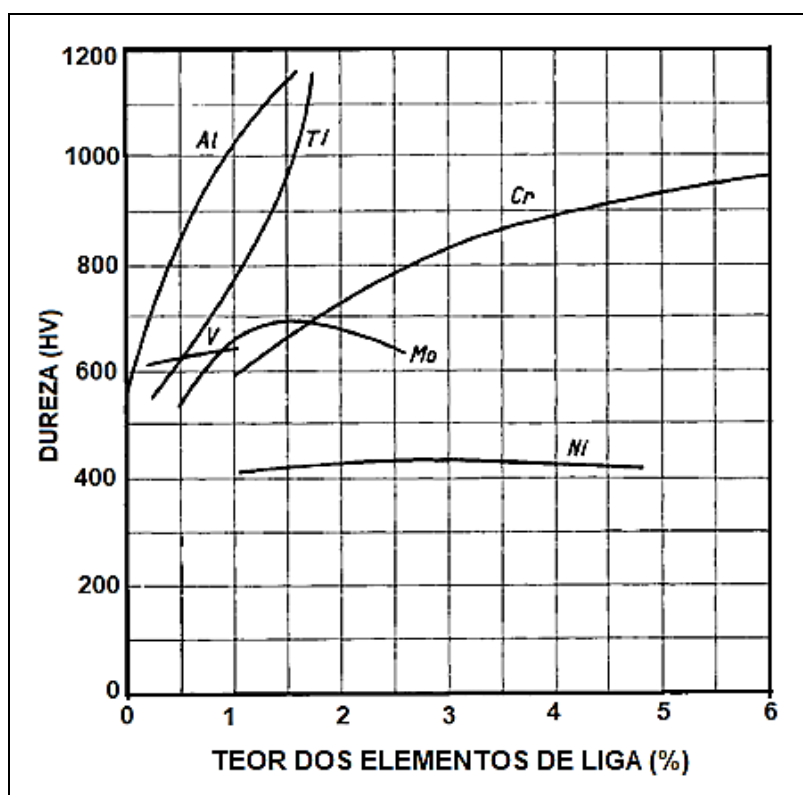
**Tabela 02:** Características principais dos nitretos formados com diferentes elementos de liga.

<b>Fase</b>	<b>Reticulado Cristalino</b>	<b>Parâmetros de rede (Å)</b>	<b>Entalpia de Formação (kcal/mol)</b>
TiN	CFC	a = 4,244	-80,0
AlN	HC	a = 3,110 c = 4,975	-72,0
VN	CFC	a = 4,139	-52,0
CrN	CFC	a = 4,149	-30,0
Mo <sub>2</sub> N	CFC	a = 4,169	-19,5
W <sub>2</sub> N	CFC	a = 4,126	-17,0

Fonte: Goldschmidt (1967)

Os elementos de liga agem como obstáculos ou barreiras para a difusão atômica do nitrogênio (BACALHAU; RODRIGUES; MESQUITA, 2014). A figura 11 mostra como alguns elementos de liga afetam a dureza superficial após o processo de nitretação. O alumínio (Al), seguido de perto pelo titânio (Ti) e o cromo (Cr) promovem um aumento crescente na dureza, já o molibdênio (Mo) e Níquel (Ni) após uma determinada concentração começam a diminuir a dureza. Schneider et al. (2007) diz que a adição de 1% de alumínio provoca um aumento significativo de 150 a 200 HV<sub>0,5</sub> na dureza superficial do aço, independente do teor de silício e também uma forte redução do teor de silício reduz ligeiramente a dureza superficial. Além disso, cromo, molibdênio e vanádio mostraram pouco efeito na dureza superficial ou na profundidade da camada nitretada.

**Figura 11:** Influência de elementos de liga na dureza após nitretação. Liga base 0,35%C, 0,30%Si e 0,70%Mn.



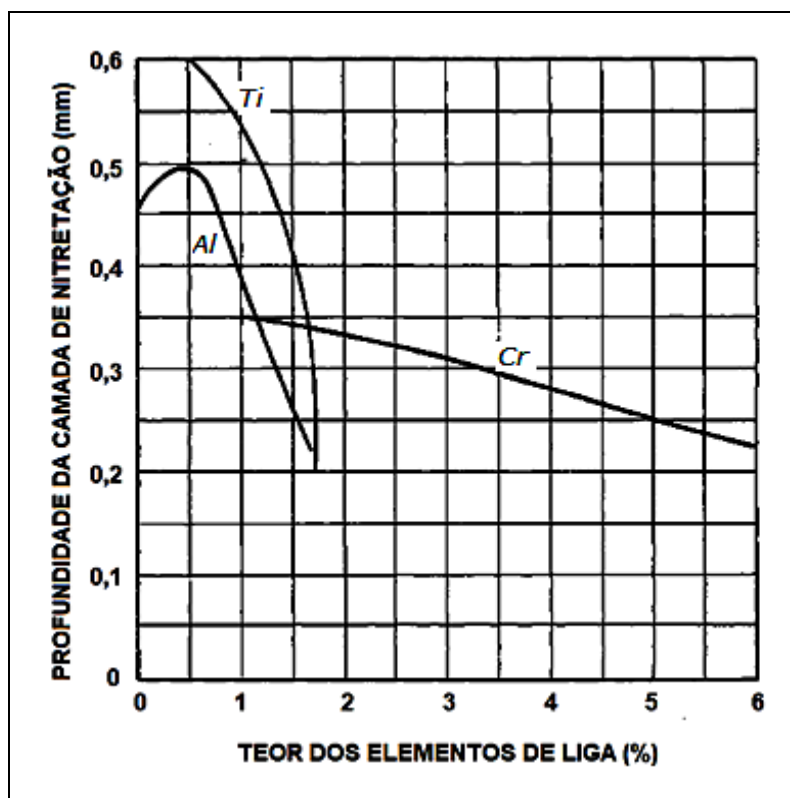
Fonte: Thelning (1984)

Os elementos de liga também influenciam na profundidade da camada nitretada. O aumento da porcentagem dos elementos de liga diminui a profundidade da camada, como pode ser constatado na figura 12. O alumínio e o titânio são os elementos de liga que têm o maior efeito no aumento da dureza da camada nitretada e também, a mais forte influência retardadora na difusão de nitrogênio na microestrutura do aço (THELNING, 1984). Segundo Schneider et al. (2007) a porcentagem de silício na liga tem grande efeito na profundidade da camada nitretada. Reduzindo-se a porcentagem de silício de 1,1% para 0,2% proporciona-se um aumento de 25% na profundidade da camada nitretada. Já o molibdênio interfere muito pouco na profundidade da camada.

Bacalhau, Rodrigues e Mesquita (2014) estudando um novo aço ferramenta para matrizes de extrusão de alumínio, denominado VEX (composição química em massa: 0,51%C; 0,3%Si; 0,3%Mn; 3,7%Cr; 0,6%Mo; 0,4%V; 0,56%Al), verificaram que a formação de uma camada nitretada mais profunda está associada a uma menor quantidade de elementos de liga na composição química comparando-o com

o aço VH13 (AISI H13). A soma do teor de %Si + %Cr + %Mo + %V + %Al no aço VEX é de 5,6% comparada a 8,0% no VH13 (AISI H13). Os pesquisadores relatam também que os elementos de liga agem como obstáculos ou barreiras para a difusão atômica do nitrogênio, logo o VEX possui melhor resposta à nitretação que o VH13.

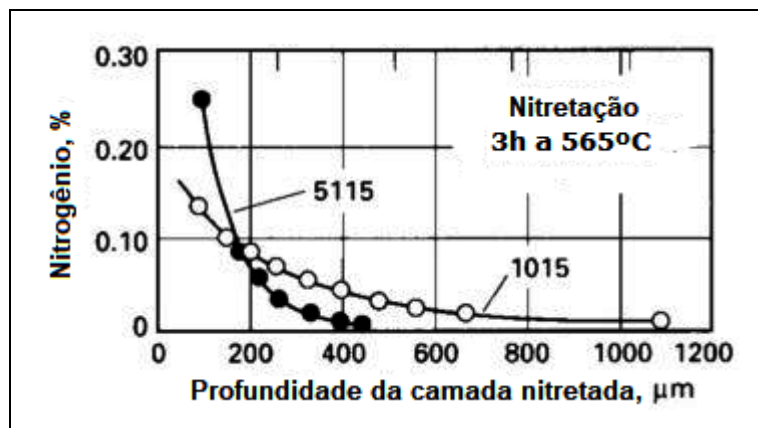
**Figura 12:** Influência dos elementos de liga Ti (titânio), Al (alumínio) e Cr (Cromo) na profundidade da camada de nitretação, em uma liga com 0,35%C, 0,30%Si e 0,70%Mn. Nitretação a 520°C por 8h.



Fonte: Thelning (1984)

O efeito inibidor do cromo na difusão do nitrogênio também pode ser visto na figura 13, onde é comparada a profundidade da camada nitretada em um aço de baixo carbono (SAE 1015) e em um aço de baixa liga contendo cromo (SAE 5115 ou DIN 16MnCr5) nitretado em banho de sal.

**Figura 13:** Efeito dos elementos de liga na profundidade da camada nitretado em um aço de baixo carbono e em um aço de baixa liga contendo cromo, ambos nitretados em banho de sal.



Fonte: Pantazopoulos (2013)

### 3.2.6. Processos Industriais de Nitretação

#### 3.2.6.1. Nitretação a Plasma

Uma parceria entre o físico alemão Dr. Wehnheldt e o empresário e físico suíço Dr. Bernhard Berghaus desenvolveu em 1932 o tratamento termoquímico de nitretação a plasma, na época denominada por nitretação por descarga incandescente (HORNBECK; BELL, 1991; PYE, 2003). Embora este processo de nitretação, desenvolvido por Wehnheldt e Berghaus, tenha sido usado com sucesso por industriais alemães durante a Segunda Guerra Mundial, não foi usado extensivamente devido ser considerado muito complexo, muito caro e pouco confiável para garantir resultados consistentes e repetíveis. Somente na década de 1970 o processo ganhou aceitação industrial, particularmente na Europa (PYE, 2003).

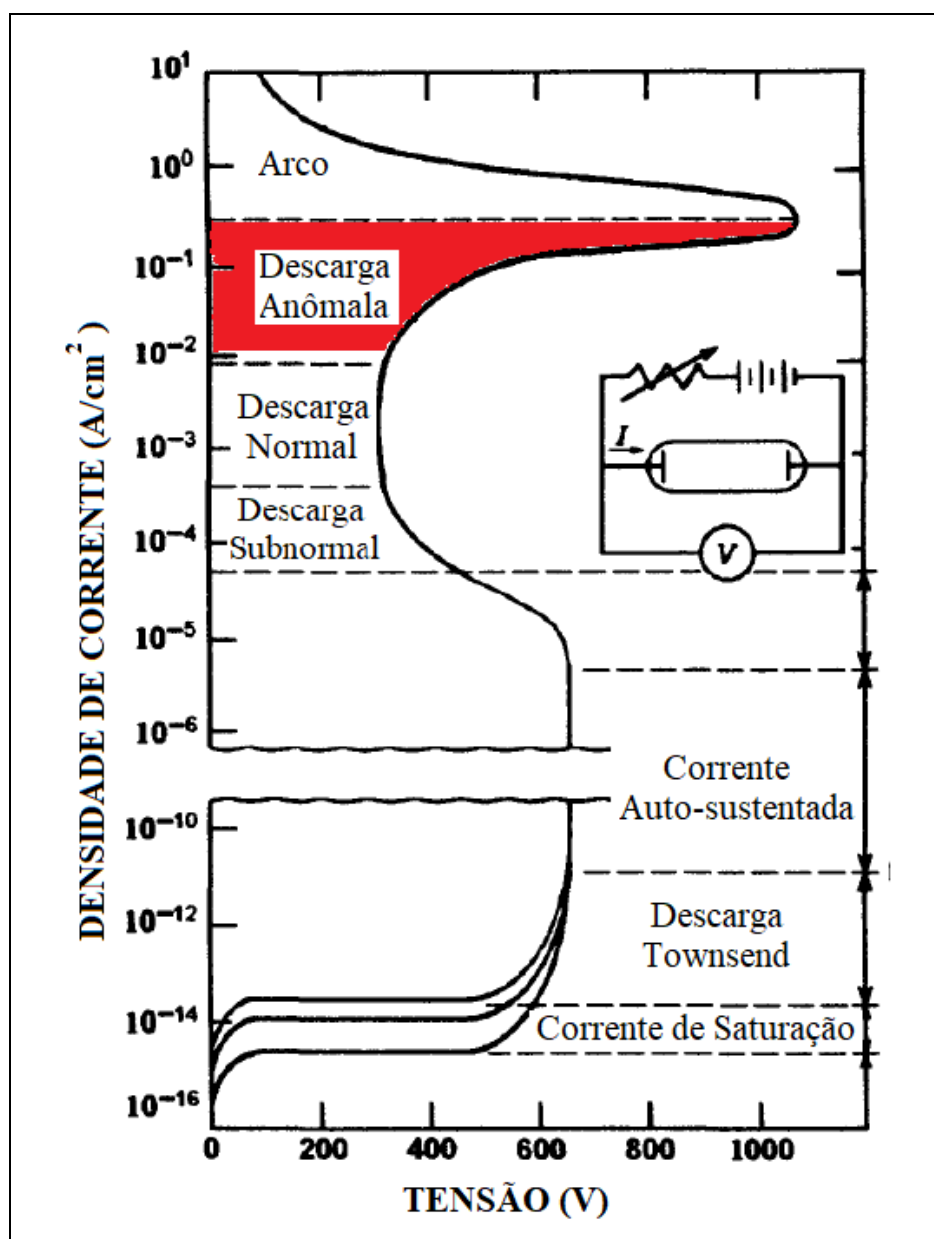
O termo “plasma” também referido como “descarga elétrica”, “descarga gasosa” ou “descarga luminescente” se aplica a um gás contendo espécies neutras e eletricamente carregadas como elétrons, íons positivos, íons negativos, átomos e moléculas. Na média, um plasma é eletricamente neutro, sendo que qualquer desbalanceamento de carga resultará em campos elétricos que tendem a mover as cargas de modo a restabelecer o equilíbrio (ALVES JR., 2001).

---

Na nitretação a plasma aplica-se uma diferença de potencial entre dois eletrodos (cátodo e ânodo) em uma câmara contendo gás, hermeticamente fechada e a baixa pressão (DAMIN, 2015). Os eletrodos são compostos pela parede do reator, que atua como ânodo (+) e pelo substrato, peça a ser nitretada, que atua como cátodo (-) (PINEDO, 2000). As moléculas do gás são ionizadas, devido a sua colisão com os elétrons (que estão indo do cátodo até o ânodo). Esses íons, juntamente com outros elétrons, são acelerados devido à ação do campo elétrico, e colidem com outras partículas produzindo assim cada vez mais íons. Dependendo da tensão aplicada e da corrente elétrica, pode-se obter diferentes regimes de descarga, com características particulares (CONRADS; SCHMIDT, 2000), conforme é mostrado na figura 14, conhecida como curva de Paschen. Esta curva apresenta regiões características bem definidas, sendo que somente na região denominada como descarga anômala ocorre o processo de nitretação a plasma e outros processos termoquímicos, tais como: deposição de filmes finos, modificação de superfície por oxidação, carbonetação entre outros (MUÑOZ RIOFANO, 1997), devido à relação linear entre tensão e corrente. Nessa região o eletrodo negativo é utilizado como porta amostra, e as amostras são uniformemente e completamente recobertas por uma camada luminescente visível (plasma), onde a densidade de corrente, importante para promover as reações químicas e físicas desejadas pela nitretação a plasma (MUÑOZ RIOFANO, 1997), geralmente está entre 0,1 e 5,0 mA/cm<sup>2</sup> em uma tensão entre 300 e 800 V (DRESSLER, 1989; EDENHOFER, 1974).

---

**Figura 14:** Curva característica da tensão *versus* corrente para diferentes tipos de descarga.

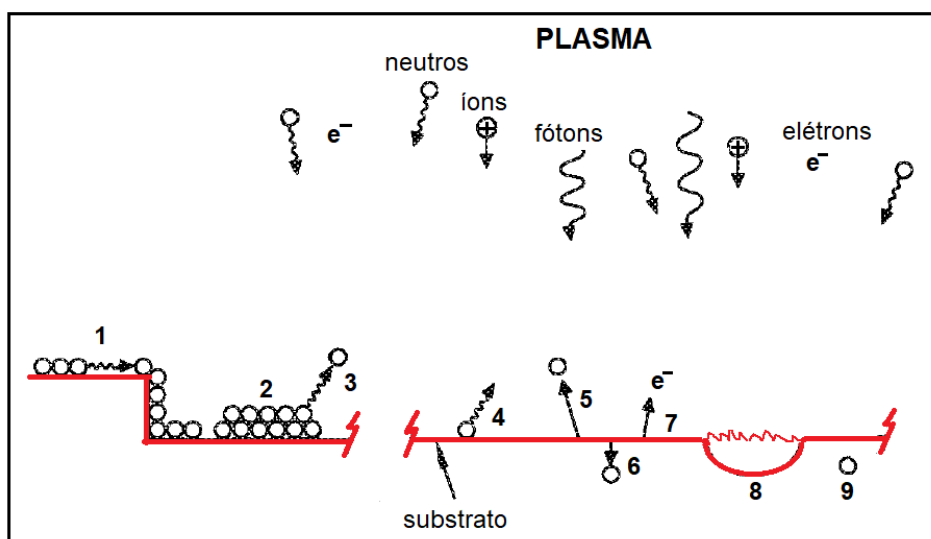


Fonte: adaptado de Nasser (1971)

A figura 15 e a tabela 03 apresentam esquematicamente os fenômenos que ocorrem na superfície de uma peça, que atua como cátodo (-), durante a nitretação a plasma. Nesta figura, as linhas vermelhas representam a superfície da peça, a região próxima à superfície indica os eventos gerais que ocorrem. O plasma é evidenciado na parte superior, consistindo íons, elétrons, espécies neutras e fótons. As setas retas, emanadas das partículas ou da superfície, retratam a natureza

direcional do movimento das partículas próximo à superfície e as setas com linhas onduladas, associam as partículas ao fenômeno de difusão (HESS, 1990).

**Figura 15:** Representação Esquemática da interação Plasma – superfície quando exposto a descarga anômala.



Fonte: adaptado de Hess (1990)

**Tabela 03:** Fenômenos que ocorrem na interação plasma – superfície.

Nº.	Resultado da Interação	Efeito sobre a deposição
1	Difusão superficial	Transferência de partículas, altera orientação
2 e 3	Nucleação e crescimento	Promove adsorção, densificação do filme e a mudança na composição.
4	Adsorção, desorção e reflexão	Cria sítios de adsorção, promove novas reações para formar novas espécies, altera a morfologia do filme, suaviza a rugosidade da superfície.
5	Sputtering	Reduz a taxa de deposição, remoção preferencial de componentes do filme, suaviza a rugosidade da superfície.
6	Implantação e difusão	Aumenta a incorporação de espécies do gás, aumenta a adesão do filme.
7	Emissão de elétrons secundários	Mantém a descarga do gás
8	Danos superficiais	Cria defeitos, altera a morfologia do filme
9	Dissipação de calor	Mantém a estabilidade dimensional e a geometria da superfície

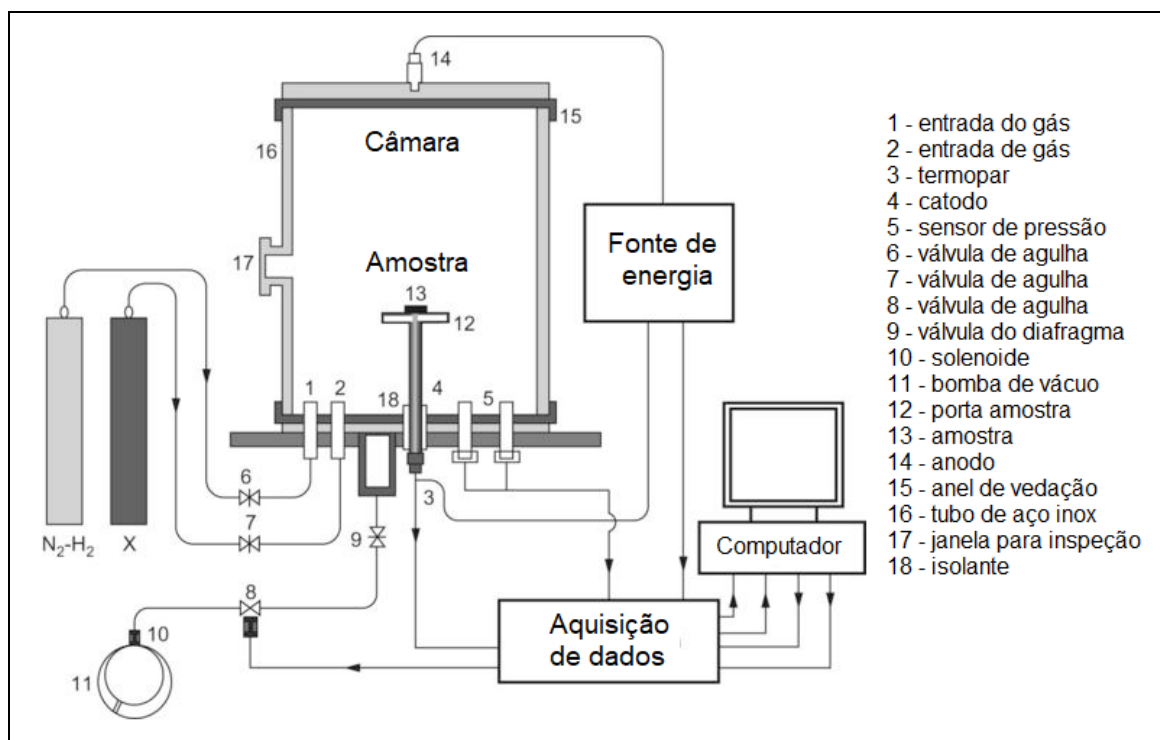
Fonte: adaptado de Hess (1990)



A maioria dos reatores atuais de nitretação a plasma emprega corrente contínua de arco pulsado para gerar o plasma (PYE, 2003). Além disso, podem ter fontes auxiliares de aquecimento para melhor controle da temperatura durante o tratamento. A figura 16 mostra esquematicamente os principais componentes de um reator de nitretação a plasma.

Este processo de nitretação tem a particularidade de dar ao metal uma alta dureza superficial, alta resistência ao desgaste, alta resistência à fadiga por flexão alternada, boas propriedades de deslizamento, alta precisão dimensional e deformação mínima (STURLA, 2002).

**Figura 16:** Representação esquemática dos principais componentes de um reator de nitretação a plasma.



Fonte: Casteletti, Neto e Totten (2014)

Ao definir a temperatura do tratamento de nitretação a plasma deve-se levar em consideração a temperatura de revenido aplicado ao aço, geralmente recomenda-se a temperatura adequada para o processo de nitretação em torno de 30°C abaixo da temperatura de revenimento (STURLA, 2002).

A nitretação a plasma oferece várias vantagens comparando-a com os processos tradicionais de nitretação (a gás e em banho de sais), particularmente em

---

termos de redução do tempo de processo, no consumo de gás e no consumo de energia (LI; BELL; DONG, 2002) e também é ainda, um processo compatível às exigências das normas ambientais, como exemplo a norma NBR ISO 14.001. Este processo não causa dano ambiental e não produz misturas gasosas explosivas ou prejudiciais à saúde, podendo ser instalado em áreas normais do fluxo produtivo, sem qualquer preocupação adicional (PINEDO, 2000). Do ponto de vista metalúrgico, tem-se como vantagem o tratamento de nitretação em baixas temperaturas ( $\leq 450$  °C) ampliando os tipos de materiais e componentes a serem nitretados (SANJUÁN, 2015).

Gonçalves (2012) em sua dissertação de mestrado realizou estudos com aços ferramenta AISI H13 (VH13ISO<sup>®</sup>), AISI H11 modificado (com baixo silício – TENAX300<sup>®</sup>) e AISI H10 modificado (com baixo silício, baixo cromo e alto molibdênio – VHSUPER<sup>®</sup>). Os três aços passaram pelo processo de nitretação a plasma em diferentes temperaturas (480°C, 520°C e 580°C), diferentes tempos de nitretação (3h30, 6h e 8h30) e diferentes composição da atmosfera gasosa (5%N<sub>2</sub>/95%H<sub>2</sub>, 20%N<sub>2</sub>/80%H<sub>2</sub>, 40%N<sub>2</sub>/60%H<sub>2</sub>). Neste estudo a autora concluiu que, quanto maior o tempo, ou a temperatura, ou a concentração de nitrogênio na atmosfera gasosa de nitretação, maior a profundidade da camada nitretada. Além disso, a máxima tensão residual de compressão encontra-se próxima ao final da camada nitretada. Já, quanto menor a temperatura de nitretação, o pico máximo de tensão residual encontra-se próximo à superfície da peça, além de que ocorre a formação da camada de composto.

Constantes trabalhos de pesquisas são desenvolvidos usando nitretação a plasma para aumentar a dureza superficial dos aços ferramenta para trabalho a quente como, por exemplo: Wang et al., 2017; Paosawatyanyong et al., 2016; Almeida, Milan e Costa, 2015 e Basso et al., 2009. Em todos estes trabalhos os pesquisadores conseguiram melhorar a propriedades da camada nitretada.

### **3.2.6.2. Nitretação a Gás**

A nitretação a gás usa como meio nitretante a amônia anidra, na temperatura de 495° a 565°C (ASM HANDBOOK, 1991). A amônia (NH<sub>3</sub>) circula sobre as peças a serem endurecidas. Devido à temperatura e ao efeito catalítico da

---

superfície do aço, a amônia se dissocia em nitrogênio e hidrogênio atômicos, de acordo com a equação 06 (HERRING, 2011):



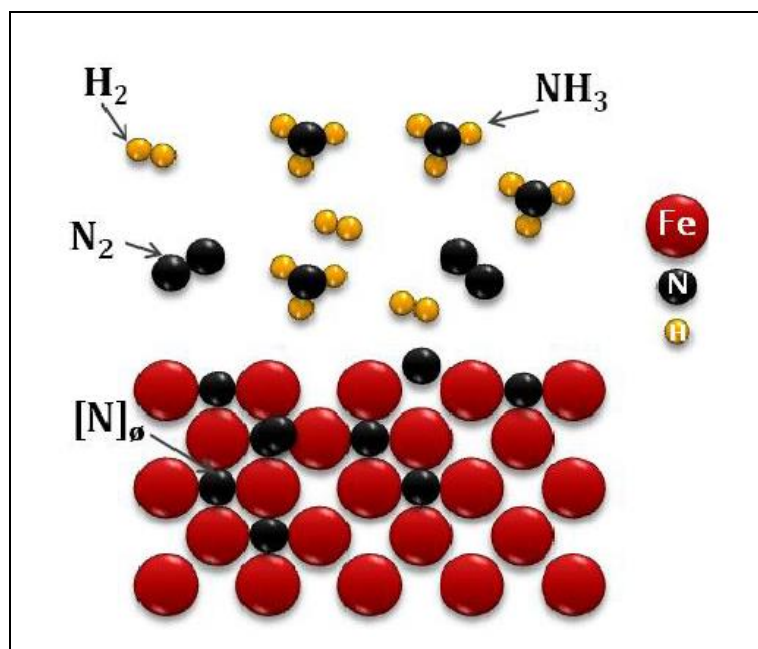
Isto é imediatamente seguido pela combinação do nitrogênio atômico para formar o nitrogênio molecular pela equação 07:



Durante o período em que esse nitrogênio passa pelo estado atômico, ele é capaz de ser absorvido pelo aço, enquanto que os átomos de hidrogênio se juntam à atmosfera do forno, conforme esquematizado nas figuras 17 e 18. A superfície do material tem um importante papel de fronteira de equilíbrio entre o gás e o volume do material que está sendo nitretado (SOMERS, 2004). Assim, a reação completa, como mostrado na figura 18, é definida com a equação 08:



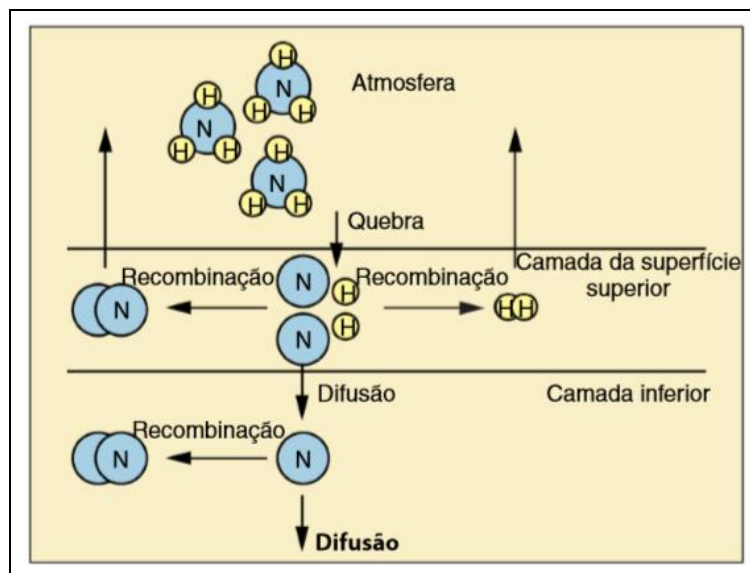
**Figura 17:** Dissociação da amônia e captação de nitrogênio no aço durante a nitretação a gás.



Fonte: Yang (2012)

A difusão do nitrogênio durante o tratamento de nitretação a gás é lenta, gerando um processo demorado. Segundo Krauss (2005), o processo de nitretação a gás pode durar até 130 horas, dependendo da aplicação.

**Figura 18:** Reações de nitretação na superfície e subsuperfície.



Fonte: Herring (2011)

Segundo Somers (2004) durante a nitretação a gás no aço, a primeira fase que se desenvolve na superfície é a fase  $\gamma' - \text{Fe}_4\text{N}_{1-x}$ , que nucleia ao exceder a solubilidade máxima do nitrogênio no ferro na região adjacente à superfície. O tempo de incubação para a nucleação do nitreto depende da competição entre o fluxo de átomos de nitrogênio chegando à superfície e os fluxos de átomos de nitrogênio saindo da mesma. O fluxo de átomos de nitrogênio chegando é controlado pela dissociação de amônia e os fluxos de átomos de nitrogênio que saem da superfície são devidos à formação e desorção de  $\text{N}_2$  e difusão de átomos de nitrogênio no estado sólido.

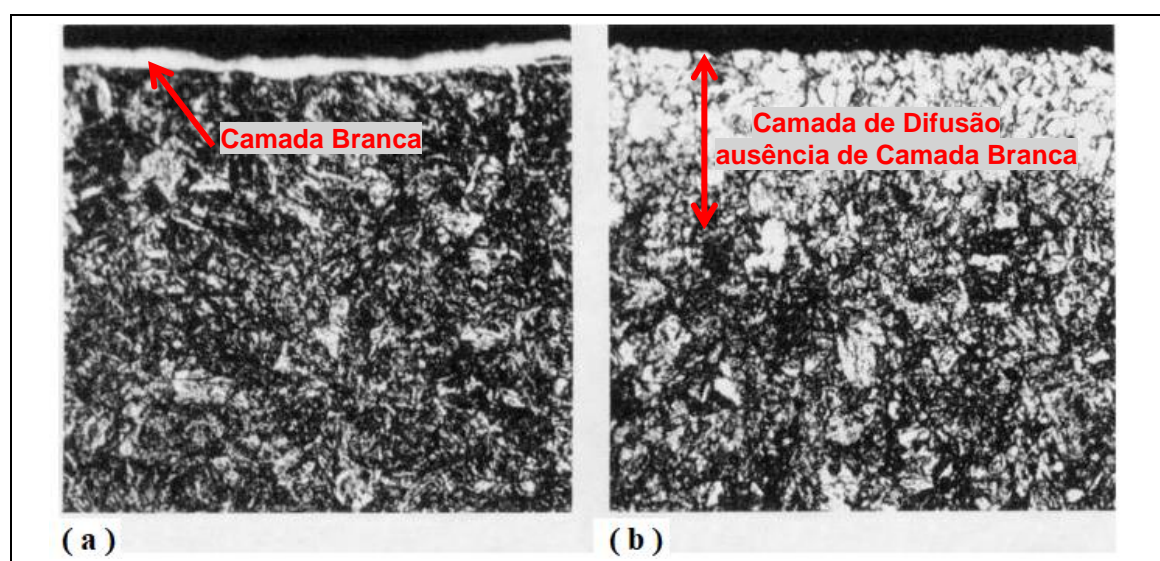
A nitretação a gás pode ser realizada em dois tipos de processo: nitretação de estágio único e nitretação de dois estágios.

- No processo de estágio único, a faixa de temperatura usual é de 500 - 525°C. A taxa de dissociação da amônia em nitrogênio e hidrogênio está na faixa de 15 – 30%. Este processo produz uma camada frágil, rica em nitrogênio, conhecida como camada de composto ou camada branca na

superfície e é composta por diversos tipos de nitretos, tais como: FeN, Fe<sub>4</sub>N e Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> (HERRING, 2011).

- No desenvolvimento do processo de dois estágios, a primeira etapa do processo é igual ao processo de estágio único, exceto o tempo de nitretação. Na segunda etapa do processo, no entanto, a adição de um gás diluente (amônia dissociada ou nitrogênio) aumenta a dissociação em torno de 65 a 85% com temperatura entre 550 e 575°C e tem-se como resultado a redução da profundidade da camada branca e aumento na camada nitretada (camada de composto + camada de difusão), com uma dureza um pouco menor (HERRING, 2011; KNERR; ROSE; FILKOWSKI, 1991). A figura 19.a mostra a microestrutura de uma peça fabricada em aço SAE 4140 nitretada a gás (estágio único) por 24 horas a 525°C com 20 a 30 % de dissociação apresentando camada de composto com espessura variando de  $5,0 \times 10^{-3}$  a  $7,5 \times 10^{-3}$  mm. Já na figura 19.b pode-se ver a microestrutura da mesma peça, com ausência de camada branca, nitretada a gás em dois estágios, sendo o primeiro por 5 horas a 525°C com 20 a 30 % de dissociação, seguido pelo segundo estágio por 20 horas a 565°C com 75 a 80 % de dissociação.

**Figura 19:** Microestruturas do aço SAE4140 nitretado a gás **(a)** estágio único: camada branca 0,005 até 0,0075 mm. **(b)** dois estágios: ausência de camada branca. Ataque com nital 2%.



Fonte: Knerr, Rose e Filkowski (1991)

---

### 3.2.7. Nitretação Líquida ou Nitretação em Banhos de Sais

O processo de nitretação líquida ou nitretação em banhos de sais surgiu, industrialmente, na década de 1930. Apesar do nome, a ideia de que as superfícies das peças ou ferramentas serão enriquecidas apenas com nitrogênio, não é verdadeira, uma vez que junto com o nitrogênio também se introduz carbono (HIRSCHHEIMER; DIAS; ALBENCIO, 2011). Entretanto a nitretação líquida adiciona mais nitrogênio e menos carbono ao aço (PANTAZOPOULOS, 2013). Este processo também é conhecido por nitrocarbonetação em banhos de sais. Na nitretação líquida usa-se como meio nitretante uma mistura de sais. A faixa de temperatura de processo é de 510° a 580°C (MEHRKAM et al., 1991) e o tempo de processo pode variar de 4 a 72 horas, sendo um tempo médio de 24 horas (PANTAZOPOULOS, 2013). Assim pode-se perceber que os parâmetros de processo, tempo e temperatura, são semelhantes aos usados na nitretação a gás. Em geral, o uso da nitretação líquida e da nitretação gasosa é semelhante. Entretanto, em aplicações onde se requer profundidades de camadas mais duras, recomenda-se a nitretação gasosa (PANTAZOPOULOS, 2013). Já, onde se deseja nitretar aços carbono com uma maior camada de compostos, recomenda-se a nitretação líquida (ALVES Jr., 2001). Os sais de sódio, que compreendem 60 a 70% (em peso) da mistura total, consistem em 96,5% de NaCN, 2,5% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e 0,5% de NaCNO. Os sais de potássio, 30 a 40% (em peso) da mistura, consistem em 96% de KCN, 0,6% de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 0,75% de KCNO e 0,5% de KCl. A temperatura de operação deste banho de sal é de 565°C (MEHRKAM et al., 1991).

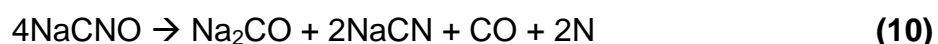
Segundo Alves Jr. (2001) a aplicação da nitretação líquida segue os procedimentos elaborados por duas patentes inglesas comercialmente conhecidas por “Tufftride” e por “Sulfinuz”. Nos dois processos, os corpos de prova devem ser pré-aquecidos entre 350° e 400°C, e depois carbonitretados a 570°C. Os processos se desenvolvem através de uma reação de oxidação e de uma reação catalítica.

O método “Tufftride” consiste na transformação da oxidação do cianeto de sódio em cianato, conforme a reação:

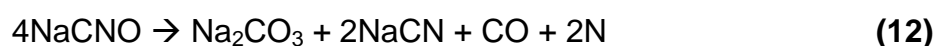


---

A reação catalítica ocorre quando o cianato entra em contato com a superfície do aço, produzindo o seguinte resultado:



No método "Sulfinuz", as reações são:



Como o processo de nitretação em banhos de sais é realizado na faixa de temperatura de 510° a 580°C (PANTAZOPOULOS, 2013), e devido à velocidade de transporte do nitrogênio e do carbono, do meio nitrocarbonetante até a superfície da peça, ser muito superior àquela de difusão destes elementos em direção ao núcleo, acumulam-se, logo abaixo da superfície, átomos de nitrogênio que não conseguem difundir e acabam formando a camada de composto. Esta camada é predominantemente constituída de nitrocarbonetos complexos do tipo  $\epsilon$  -  $\text{Fe}_{2-3}(\text{N,C})$  e logo abaixo da camada de composto tem-se a camada de difusão (HIRSCHHEIMER; DIAS; ALBENCIO, 2011).

Mahendiran e Kavitha (2018) embora conhecendo que o processo de nitretação a plasma é mais adequado para nitretar componentes automotivos de alta precisão, submeteram engrenagens cônicas automotivas de alta precisão dimensional, fabricadas em aço liga DIN 20MnCr5 (figura 20) ao processo de nitretação líquida. Os parâmetros do processo, tais como: temperatura, tempo e composição de banho, conseguiram atingir nível de distorção dimensional de  $\pm 10$   $\mu\text{m}$  e conseqüentemente, eliminaram a operação de acabamento realizada após o processo de nitretação.

---

---

**Figura 20:** Engrenagens cônicas, fabricadas em aço 20MnCr5, submetida ao processo de nitretação líquida.



Fonte: Mahendiran e Kavitha (2018)

Vatavuk, Vendramim e Silveira Jr. [s.d.] verificaram que a rugosidade superficial em barra de aços SAE1045 aumentou consideravelmente após submeter o aço à nitretação em banho de sal (de 0,42 Rz para 5,38Rz) e também, à nitretação em banho de sal seguido de oxidação (de 0,42Rz para 6,65Rz). O mesmo não acontece para os processos de nitretação a gás e a plasma pulsado. Os autores explicam que o aumento da rugosidade da superfície nitretada em banho de sal e banho de sal mais oxidação ocorre, provavelmente, devido à concentração de poros na camada branca e, associada à instabilidade da fase epsilon ( $\epsilon$ ) na faixa de temperatura de nitretação que tem nitrogênio recombinao para nitrogênio molecular. Os poros ocorrem dentro dos grãos e ao longo dos contornos de grão desta camada. A coalescência de poros individuais no contorno de grão resulta em contornos de grão abertos ou microtrincas. Além disso, os poros na superfície externa podem ser benéficos devido a sua capacidade de armazenar lubrificante proporcionando um melhor desempenho tribológico em superfícies de contato. Entretanto, em geral, os poros são prejudiciais devido à diminuição da resistência do material (SCHWARTZ et al., 2014; SOMERS et al, 1992).

Hirschheimer, Dias e Albencio (2011) relatam que a formação de poros nas regiões mais externas da camada branca é devida à baixa difusibilidade dos átomos de nitrogênio no aço, e também ao excesso de oferta do meio nitrocarbonetante.

---



---

Arbile e Hamed (2018) estudaram a resistência à fadiga cíclica no aço inoxidável 316L, submetido ao processo de nitretação líquida comparando-o com o não nitretado. A nitretação líquida foi realizada nas temperaturas de 530 e 630°C e nos tempos de 1, 3 e 5 horas. Os pesquisadores verificaram que, o aumento do tempo e da temperatura de nitretação proporcionou aumento na camada nitretada e conseqüentemente minimizou o aparecimento de trincas. O estudo mostrou que: quanto maior o tempo de nitretação, maior a profundidade da camada nitretada e conseqüentemente maior a resistência à fadiga.

### **3.2.8. Outros Processos de Nitretação**

#### **3.2.8.1. Nitretação Gasosa em Altas Temperaturas**

Com a finalidade de obter camadas superficiais com alto teor de nitrogênio, elevadas dureza e com resistência ao desgaste em meios corrosivos, pesquisadores desenvolveram o processo de nitretação gasosa em alta temperatura (geralmente entre 900 e 1400°C) aplicando-o em aços inoxidáveis. A primeira pesquisa foi realizada por Turkdogan e Ignatowicz em 1958. Este tratamento é apropriado para a produção de componentes de sistemas hidráulicos submetidos à ação simultânea de desgaste e corrosão, tais como sistemas de geração de energia hidrelétrica (nitretação de componentes de turbinas hidráulicas), hélices de embarcações e sistemas de bombeamento de fluidos corrosivos (bombas, válvulas e tubulações). Por meio deste tratamento é possível obter peças com camadas de elevado teor de nitrogênio com aproximadamente 0,5 a 3 mm de espessura, e também permite dissolver intersticialmente altos teores de nitrogênio, aproximadamente de 0,5 a 1,0 % em massa, no campo austenítico. Este tratamento leva a camadas nitretadas com elevado nível de tensões residuais de compressão, benéficas às aplicações em que pode acontecer corrosão sob tensão ou fadiga (GARZÓN; TSCHIPTSCHIN, 2005).

Bottoli et al. (2018) submeteu o aço inoxidável austenítico AISI 316 a quatro diferentes tratamentos termoquímicos de nitretação: três lotes de amostras foram nitretadas pelo processo de nitretação gasosa em alta temperatura, a 1150°C por 4 horas variando a pressão do gás N<sub>2</sub> (0,3 bar, lote 01; 0,6 bar, lote 02 e 0,9 bar, lote 03) e um lote de amostra foi nitretado pelo processo de nitretação a baixas

---

---

temperaturas, a 430°C por 20 horas. Segundo os autores, os aços que passaram pelo processo de nitretação gasosa em alta temperatura apresentaram um aumento significativo do tamanho de grão e um aumento da dureza da camada nitretada (maior a pressão do gás  $N_2 \rightarrow$  maior a dureza da camada nitretada). Além disso, melhorou a resistência à corrosão por pite, em comparação com o aço não nitretado. Os corpos de prova, também foram submetidos ao ataque químico por  $FeCl_3$  por 168 horas para análise de resistência à corrosão por fresta. Os aços nitretados em baixa temperatura não apresentaram corrosão por frestas, já os aços não nitretados e os aços nitretados em alta temperatura apresentaram um severo ataque, sendo que nenhuma diferença óbvia pode ser discernida entre essas amostras. Após os ensaios de imersão dos corpos de prova para detecção de corrosão por fresta verificou-se que as amostras que foram nitretadas em baixa temperatura obtiveram uma redução drástica da perda de massa comparando-as com os corpos de prova nitretados em alta temperatura e também com os não nitretados. As peças que passaram pelo processo de nitretação a baixa temperatura apresentaram a formação de uma camada superficial rica em nitrogênio. Os parâmetros de processamento (temperatura e tempo de nitretação) permitiram a formação de uma solução sólida supersaturada de nitrogênio sem a precipitação de  $CrN$ . O nitrogênio dissolvido durante o processo de nitretação em baixa temperatura foi significativamente maior comparando com as peças nitretadas em alta temperatura e também, conseguiu-se aumento na resistência à corrosão.

Até o momento, na literatura disponível, não há publicações sobre a aplicação do processo de nitretação a gás em alta temperatura em aços ferramentas para trabalho a quente. Encontra-se disponível na literatura aplicação deste processo de nitretação na família de aços inoxidáveis austeníticos, martensíticos e ferríticos.

### **3.2.8.2. Nitretação Seguida de Tratamento Térmico de Têmpera e Revenimento**

Além dos tratamentos térmicos e termoquímicos convencionais aplicados aos materiais metálicos com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e tribológicas, nos últimos anos, muitas pesquisas vêm sendo desenvolvidas combinando dois ou mais tratamentos superficiais, denominados por tratamentos

---

---

duplex ou engenharia de superfície duplex. Este tratamento obtém multicamadas superficiais com maior dureza e maior profundidade da camada nitretada em direção ao núcleo. Segundo Bell, Dong e Sun (1998) para conseguir resultados eficientes e eficazes com a aplicação sequencial de dois ou mais tratamentos de superfície deve-se ocorrer uma sinergia entre os tratamentos aplicados, para evitar que os efeitos resultantes do primeiro tratamento não sejam deteriorados pelo segundo tratamento.

Wach et al. (2016) estudaram os efeitos do tratamento térmico sobre a camada nitretada nos aços X37CrMoV-1, X153CrMoV12 e 18CrNi8. Os aços passaram pelos seguintes processos:

- Aços X37CrMoV-1 e X153CrMoV12:  
Têmpera + Revenido → Nitretação → Têmpera → Tratamento Criogênico  
→ Revenido (atmosfera inerte ou atmosfera ativa com amônia);
- Aço 18CrNi8:  
Têmpera + Revenido → Nitretação → Têmpera → Revenido.

Para os três aços estudados Wach et al. (2016) observaram o aumento da camada nitretada após o tratamento térmico conforme indicado na tabela 04. Além do aumento significativo na espessura da camada nitretada, verificou-se também um aumento na dureza superficial.

Analisando os dados da tabela 04 percebe-se que a porcentagem de carbono no aço influencia na difusão do nitrogênio após o tratamento térmico. Os aços X153CrMoV12, X37CrMoV-1 e 18CrNi8 apresentam 1,55%, 0,35% e 0,15% de carbono, respectivamente. Isso confirma que, quanto maior a porcentagem de carbono menor a difusão de nitrogênio. A adição de amônia no processo de revenimento provoca nitretação adicional. Além disso, após o tratamento térmico os três aços apresentaram menor dureza superficial e maior dureza próximo ao núcleo.

---

**Tabela 04:** Espessuras das camadas nitretadas antes e após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido

Aço	Espessura da camada <b>Antes</b> do Tratamento Térmico	Espessura da Camada <b>Após</b> o Tratamento Térmico	
		Revenido com Atmosfera Inerte	Revenido com Atmosfera NH <sub>3</sub>
X37CrMoV-1	0,160 mm	0,225 mm	0,450 mm
X153CrMoV12	0,140 mm	0,150 mm	0,350 mm
18CrNi8	0,450 mm	0,600 mm	

Fonte: adaptado de Wach et al. (2016)

Ciski et al. (2017) ao submeterem o aço X37CrMoV-1 aos tratamentos: (i) nitretação; (ii) nitretação seguida de têmpera e revenimento e (iii) nitretação seguida de têmpera, tratamento criogênio e revenimento chegou a resultados semelhantes aos de Wach et al. (2016). Outra propriedade tribológica avaliada por Ciski et al. (2017) foi a resistência ao desgaste, podendo-se constatar que as camadas formadas têm alta resistência ao desgaste em condições de cargas elevadas. Comparando o desgaste dos corpos de prova apenas nitretado (desgaste linear de 25,4  $\mu\text{m}$ ) com os corpos de prova nitretado, temperado e revenido (desgaste linear de 18,7  $\mu\text{m}$ ) e com os corpos de prova nitretado, temperado, criogênio e revenido (desgaste linear de 14,42  $\mu\text{m}$ ) houve redução no desgaste de 26% e 43% respectivamente. Estudos semelhantes foram realizado por Tacikowski et al. (2014) no aço DIN C45.

Pesquisadores do departamento de engenharia de materiais da UTFPR (Universidade Tecnológica Federal do Paraná), Berton et al., (2017), Reis et al., (2015), Assumpção, Borges e Mafra (2014) e Reis, Maliska e Borges, (2011), aplicaram o tratamento denominado por SHTPN (*Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding*) na família de aço inoxidável para redistribuir nitrogênio da camada nitretada, formando camadas enriquecidas por nitrogênio em solução sólida com espessura de até 600  $\mu\text{m}$ , assim conseguem aumentar a resistência à corrosão e ao desgaste comparando-a com os aços inoxidáveis apenas nitretado. A baixa porcentagem de carbono na composição química dos aços inoxidáveis favorece a difusão intersticial do nitrogênio na microestrutura.

---

Além das aplicações de tratamentos combinados de têmpera e revenimento sobre a camada nitretada nos aços, pesquisadores estão estudando a aplicação desta combinação de tratamento nos ferros fundidos, como exemplo a pesquisa de Writzl (2018).

Até o momento poucos trabalhos foram publicados sobre a aplicação de tratamentos de superfície combinados com têmpera e revenimento sobre a camada nitretada nos aços ferramenta, e especificamente não foram reportados experimentos aplicando a têmpera (a vácuo ou em banho de sal) sobre a camada nitretada (plasma ou a gás) no aço ferramenta para trabalho a quente AISI H13. Em vista disso, este trabalho buscou investigar a aplicação do tratamento de têmpera no aço AISI H13 nitretado, sendo este aço muito utilizado na fabricação de moldes e matrizes para fundição sob pressão de ligas metálicas, em especial alumínio. Durante a utilização estes moldes e matrizes sofrem grandes avarias quanto ao desgaste e fadiga térmica.

### **3.3. Têmpera e Revenido**

Os aços ferramenta geralmente são fornecidos pelos fabricantes no estado recozido, com dureza variando de 220 a 300 HB e sua microestrutura é formada por uma matriz ferrítica contendo carbonetos. A natureza destes carbonetos depende da composição química do aço (TOTTEN, 2006). Os tratamentos térmicos de têmpera e revenido são processos fundamentais para a indústria manufatureira, pois melhoram as propriedades mecânicas dos aços ferramenta. As operações de tratamentos térmicos consistem em aplicar o metal a um ciclo de tempo e temperatura definido, dividido em três etapas: (1) aquecimento, (2) encharque e (3) resfriamento. Todos os parâmetros envolvidos em um determinado processo de tratamento térmico, como a temperatura de austenitização, o tempo de retenção (encharque), o meio de resfriamento, a taxa de resfriamento, a temperatura e tempo de revenido afetam a microestrutura final dos aços. A microestrutura, por sua vez, controla todas as propriedades que os aços exibem (TAO; HAN e GU, 2014) e é uma das exigências fundamentais quanto à aplicação industrial. Além disso, a temperatura de revenimento interfere nas propriedades mecânicas e tribológicas dos aços nitretados. Se antes do processo de nitretação, o tratamento térmico de revenimento for realizado em temperatura abaixo da temperatura de nitretação, durante a

---

---

nitretação poderá promover alterações dimensionais significativas, sem contar na redução de dureza do núcleo. A dureza do núcleo diminui de 20 a 30 HV se o revenimento for realizado à temperatura muito próxima da temperatura de nitretação (BARRALLIER, 2015).

### **3.3.1. Têmpera em Aço Ferramenta para Trabalho a Quente**

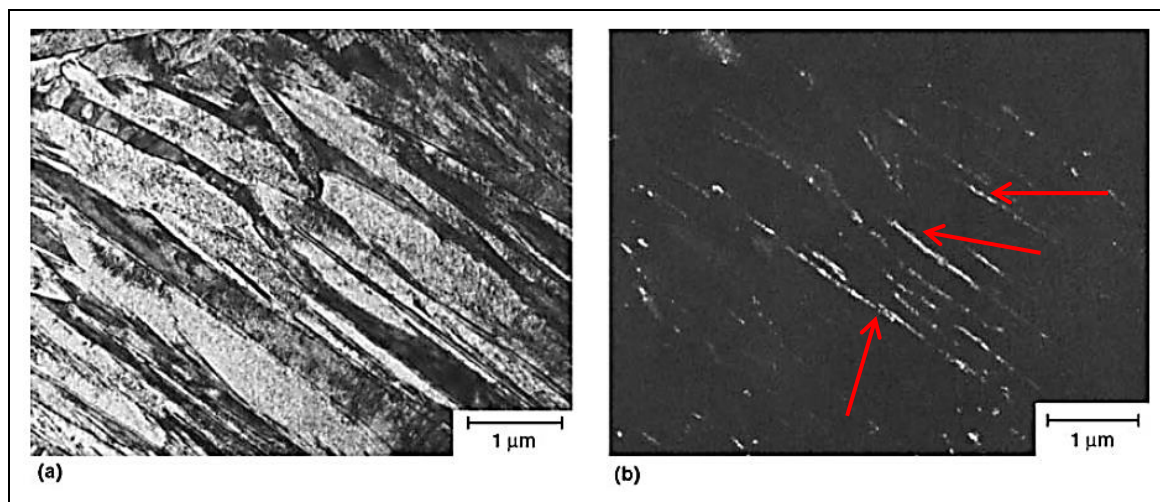
No processo de têmpera, o aço é aquecido até a temperatura de austenitização recomendada e resfriado rapidamente até atingir a temperatura ambiente. Martêmpera e têmpera a vácuo são processos de tratamento térmicos comuns para aços ferramentas. Nesse processo ocorre a transformação da austenita, que apresenta uma estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), em martensita, que apresenta uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC). Devido o processo de resfriamento ser rápido a transformação da martensita a partir de austenita é adifusional, isto é, um processo sem difusão do carbono. Por essa razão a martensita tem a mesma composição química da austenita (KRAUSS, 1990).

No processo de formação da estrutura martensítica ocorre um aumento no volume na microestrutura contribuindo para o aparecimento de tensões residuais fragilizando a microestrutura. A martensita é dura e resistente, e por ser frágil, possui, na realidade, uma ductilidade desprezível, principalmente para aços com maiores teores de carbono (KRAUSS, 2005).

Em aços ferramenta forma-se a martensita quando as condições de resfriamento e temperabilidade são suficientes para evitar a transformação controlada por difusão em carbonetos, perlita e bainita proeutetoides. A composição da matriz de austenita determina a morfologia da microestrutura da martensita neste tipo de aço. A figura 21 mostra a martensita na forma de ripas no aço AISI H13. Nesta microestrutura, a austenita retida está presente em lâminas finas entre as ripas paralelas de martensita. A austenita retida, após a têmpera, pode ser transformada em martensita, submetendo-se o aço ao tratamento criogênio, ou transformada em ferrita mais carbonetos (com dureza inferior à martensita) quando o aço ferramenta passa pelo processo de revenimento (KRAUSS, 2005).

---

**Figura 21:** (a) Martensita em forma de ripas no aço AISI H13. (b) Austenita retida em forma de lâminas finas (seta) entre as ripas de martensita. Microscopia eletrônica de transmissão.

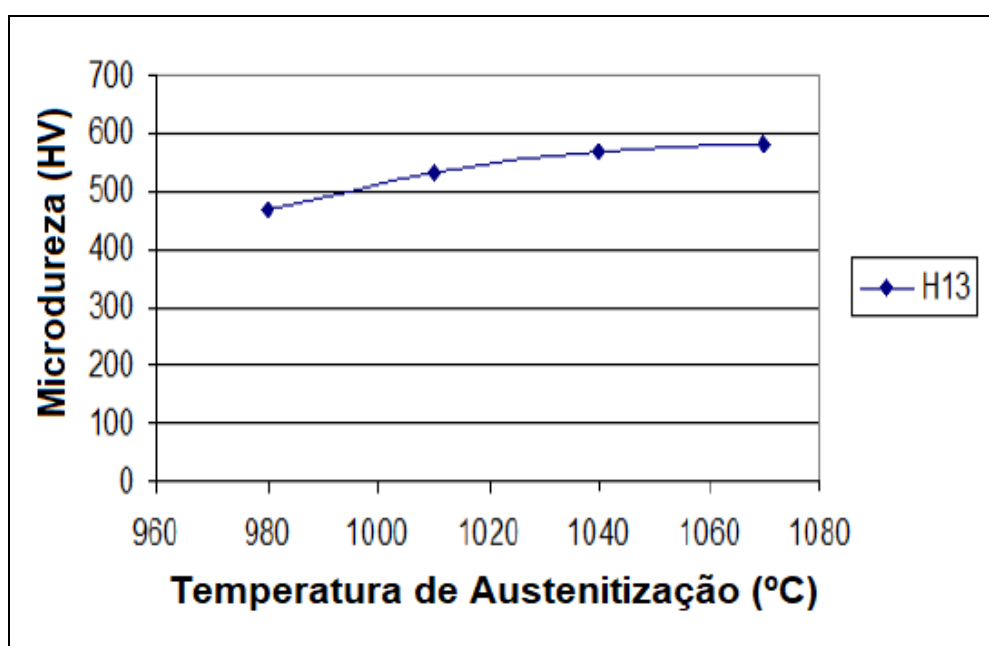


Fonte: adaptado de Krauss (2005).

Ramezani et al. (2015) realizou tratamento térmico de têmpera com diferentes temperaturas e tempos de austenitização e diferentes meios de resfriamento com amostras do aço AISI H13. Com o objetivo de investigar como diferentes tipos e parâmetros de processo de tratamento térmico influenciam no perfil de dureza do aço e estudar a cinética de difusão de carbono quando o material é submetido a diferentes condições atmosféricas durante a etapa de austenitização. Verificaram que o movimento de carbono durante a austenitização do aço ferramenta AISI H13, na região da superfície, é totalmente dependente da condição atmosférica circundante. Na temperatura de 1020°C, sem controle da atmosfera do forno, ocorre descarbonetação superficial. No processo de têmpera a vácuo e no processo com atmosfera controlada, a descarbonetação pode ser restringida pela limitação do dióxido de carbono. Amostras embrulhadas em folhas finas de aço inoxidável não sofreram descarbonetação e apresentaram durezas semelhantes às tratadas no forno a vácuo. Nas amostras submetidas à cementação sólida, o monóxido de carbono foi fornecido continuamente a partir do carvão circundante, introduzindo carbono na superfície e, conseqüentemente, um aumento da dureza. Diferentes atmosferas durante a austenitização influenciam na dureza do aço após a têmpera.

Al-Qawabeha (2017) realizou estudos do efeito da temperatura de austenitização no tratamento térmico de têmpera nas propriedades mecânicas do aço ferramenta AISI H13. A figura 22 mostra o aumento da microdureza com o aumento da temperatura de austenitização. O mesmo foi evidenciado por Zeitune et al. (2014) para um aço ferramenta para trabalho a frio de elevado teor de carbono e cromo, contendo ainda molibdênio, vanádio e silício, combinando as características dos aços AISI D2 e AISI A2.

**Figura 22:** Efeito da temperatura de austenitização na dureza do aço AISI H13.



Fonte: adaptado de Al-Qawabeha (2017)

### 3.3.2. Revenimento em Aço Ferramenta para Trabalho a Quente

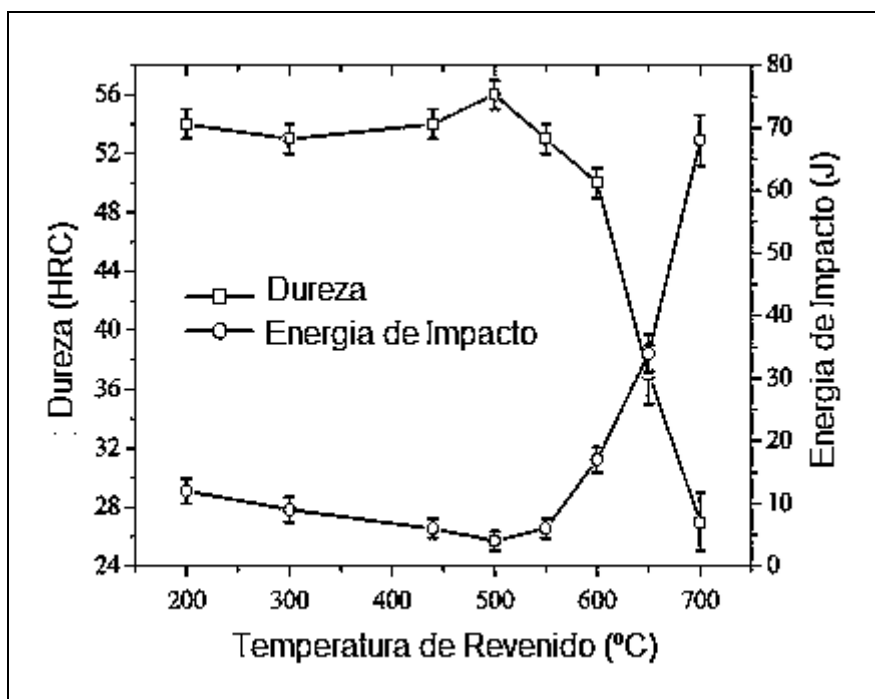
O revenido ou revenimento é um tratamento térmico para aços endurecidos pelo processo de têmpera. Consiste no aquecimento a temperaturas inferiores a temperatura  $A_{C1}$  para aumentar a ductilidade e tenacidade e ajustar a resistência mecânica ao nível desejado, promovendo ainda alívio de tensões (COLPAERT, 2008). Qualquer temperatura até o mínimo crítico pode ser usada no processo de revenimento. Assim, uma variação extremamente ampla nas propriedades e na microestrutura do aço pode ocorrer com o revenimento, desde martensita revenida a carbonetos esferoidizados na ferrita (KRAUSS, 2005). A martensita, com estrutura TCC monofásica, é um constituinte metaestável saturada em carbono. O



revenimento proporciona a transformação em fases mais próximas do equilíbrio (martensita revenida), até, eventualmente, atingir-se microestrutura compostas por ferrita e cementita ou carbonetos de elementos de liga, dependendo da composição química do aço (COLPAERT, 2008).

No aço ferramenta, o revenido pode provocar aumento de dureza, causado principalmente pelo endurecimento por precipitação, fenômeno este chamado de endurecimento secundário. No aço AISI H13, o pico de dureza associado ao endurecimento secundário gira em torno de 500°C (figura 23), aumenta com o aumento do teor de liga e depende do balanço de carbonetos retidos, da porcentagem de austenita retida e da composição da martensita temperada (KRAUSS, 2005; WEI et al., 2011). Moraes (2019), em sua pesquisa de mestrado, estudando a curva de revenido para o aço AISI H13 em diferentes temperaturas de austenitização (950°, 1000° e 1100°C) também identificou o pico de endurecimento secundário na temperatura de revenido de 500°C.

**Figura 23:** Variações da dureza e da energia de impacto com a temperatura de revenido para o aço AISI H13.



Fonte: Wei et al. (2011)

Novos métodos e tecnologias são aplicados nos aço ferramentas, usados na fabricação das matrizes, para atender os requisitos de desempenho melhorando as

---

propriedades mecânicas e tribológicas. Um dos métodos mais eficazes é a modificação de carbonetos ajustando a composição química, corroborando com a estabilidade da microestrutura e das propriedades mecânicas e tribológicas, em uma dada temperatura de serviço entre 500 e 600°C, que também é conhecida como estabilidade de revenido (GU et al., 2021; GU et al. 2019).

Wei et al. (2011), estudando os efeitos da temperatura de revenido para diferentes parâmetros de ensaio de desgaste, levantou a curva de dureza e resistência ao impacto para diferentes temperaturas de revenido para o aço AISI H13 como mostrado figura 23. A dureza diminuiu levemente com o aumento da temperatura do revenido. Próxima à temperatura de 440°C inicia-se o aumento de dureza por precipitação. O pico do endurecimento secundário ocorre a 500°C na dureza de 56 HRC. Após este ponto, aumentando a temperatura de revenido, a dureza começa a diminuir, mas próximo a 600°C a dureza reduz drasticamente e a 700°C atinge 27 HRC. Com relação à resistência ao impacto, uma tendência inversa apareceu em comparação com a variação de dureza, e na temperatura do pico de dureza do endurecimento secundário ocorreu a tenacidade mínima. Isto ocorre devido a precipitação dos carbonetos de liga dentro do grão e ao longo dos limites de grão, aumentando significativamente a dureza, mas reduzindo rapidamente a resistência à fratura. Estudos realizados por Medvedeva et al. (2009) mostram a curva do revenido para os aços ferramenta THG2000 (0,39%C; 0,90%Si; 0,40%Mg; 5,30%Cr; 0,15%Ni; 1,20%Mo; 0,90%V), MCG2006 (0,30%C; 0,30%Si; 1,20%Mg; 2,30%Cr; 4,00%Ni; 0,80%Mo; 0,80%V) e QRO90 (0,38%C; 0,30%Si; 0,75%Mg; 2,60%Cr; 0,15%Ni; 2,30%Mo; 0,90%V), em que é possível evidenciar o endurecimento secundário associado à precipitação de carbonetos de liga na martensita revenida. A precipitação de carbonetos secundários não apenas retarda o amolecimento, mas também aumenta a dureza para níveis que excedem os da condição não revenido.

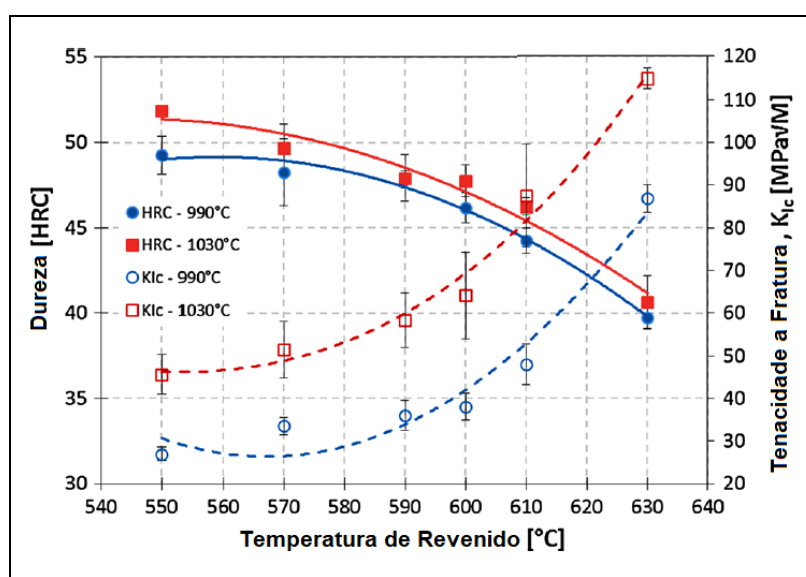
Portanto, no processo de revenimento, com o aquecimento da martensita, a supersaturação de carbono é aliviada com a precipitação de carbonetos. Quando o revenido é realizado em baixas temperaturas, formam-se a cementita e outros carbonetos de ferro. Já em altas temperaturas, onde os átomos de elementos de liga de substituição são capazes de se difundir, ocorre à precipitação dos carbonetos de liga. Apesar do revenido causar a decomposição da estrutura martensítica, a

---

martensita desempenha um papel importante na evolução da microestrutura do aço-ferramenta, apresentando uma estrutura de matriz supersaturada para a precipitação de carbonetos e o endurecimento secundário. O tungstênio, o vanádio, o molibdênio e o cromo são os elementos formadores de carbonetos mais comumente usados para obter endurecimento secundário (ROBERT; KRAUSS; KENNEDY, 1998).

Como evidência da influência dos carbonetos secundários na dureza do material, estudos realizados por Podgornik et al. (2018) com o aço ferramenta AISI H11 submetidos ao tratamento térmico de têmpera, com duas temperaturas de austenitização (990°C e 1030°C) e revenido em diferentes temperaturas, variando de 550°C a 630°C, pode-se verificar que a dureza e a tenacidade aumentam com o aumento da temperatura de revenido (figura 24). Quanto maior a temperatura de austenitização, maior a dissolução de carbonetos primários. Em temperaturas de austenitização mais baixas, em torno de 1000°C, observam-se três tipos de carbonetos na microestrutura, que são: MC rico em vanádio,  $M_2C$  rico em molibdênio/ferro e  $M_7C_3$  rico em cromo/ferro. Em temperaturas de austenitização mais altas, em torno de 1100°C, somente carbonetos MC ricos em vanádio estão presente na microestrutura. Os outros tipos de carbonetos foram completamente dissolvidos (ROBERT; KRAUSS; KENNEDY, 1998).

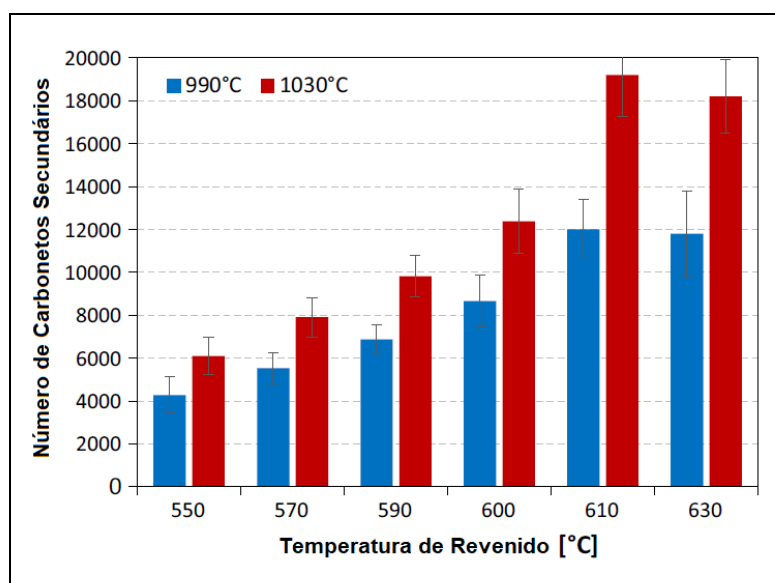
**Figura 24:** Relação entre a dureza e a tenacidade a fratura pela temperatura de revenido do aço AISI H11.



Fonte: Podgornik et al. (2018)

Conforme já comentado, durante o revenido ocorre a precipitação de pequenos carbonetos secundários, aumentando a dureza do aço. Com o aumento da temperatura do revenimento, tem-se um aumento na formação de carbonetos secundários muito finos, conforme pode ser visto na figura 25 (PODGORNIK et al., 2018).

**Figura 25:** Efeito da temperatura de austenitização e da temperatura de revenido no número de carbonetos secundários



Fonte: Podgornik et al. (2018)

### 3.4. Fadiga Térmica

De acordo com Spera (1976) fadiga térmica é uma degradação progressiva de um material devido a flutuações cíclicas na temperatura, que leva ao craqueamento do material provocado pelo aquecimento e resfriamento alternado, em que a expansão térmica livre é parcialmente ou completamente restrita, causando uma tensão térmica que pode iniciar e propagar trincas por fadiga.

No final da década de 1960, na Case Western Reserve University, construiu-se pela primeira vez uma unidade de teste para simular experimentalmente as condições de fadiga térmica nos processos de fundição. Em tal unidade de teste era realizado ensaio por imersão em amostras de metal fundido com resfriamento ao ar ou utilizando lubrificante à base de água.

---

Nos processos de fundição, forjamento, laminação e extrusão a quente, as ferramentas são submetidas a altas temperaturas e cargas que podem resultar em várias falhas na superfície da mesma (SILVA JR. et al., 2017). Estas falhas podem ser causadas, por: fadiga térmica, desgaste erosivo e abrasivo (causado pelo impacto de alta velocidade do metal derretido contra as características geométricas complexas, como núcleos, nervuras e cantos, resultando em uma perda da precisão dimensional da fundição), soldagem (causada pela interação química da liga de fundição com a superfície da matriz durante o enchimento e a solidificação, levando à soldagem do metal em diferentes pontos da superfície da matriz, produzindo fundições defeituosas) e ataque químico ou corrosão provocadas pelo metal derretido (BHAT et al., 1999). Estas falhas influenciam na produtividade e na qualidade da superfície, reduzindo assim a vida útil das ferramentas e matrizes (PELLIZZARI; UGUES e CIPOLLONI, 2013; MUHIC et al., 2010; EBNER et al., 2008).

Dentre os modos de falhas, a fadiga térmica corresponde a mais de 70% das falhas nos moldes e matrizes para conformação, forjamento, fundição sob pressão e entre outros (FUCHS, 2002; MANSON, 1966 apud STARLING; BRANCO, 1997). Além disso, é uma das principais razões de falhas em materiais e equipamentos expostos a flutuações cíclicas de temperatura, tais como tubulações de refrigeração em usinas termoelétricas e termonucleares, cilindros de laminação, componentes de turbina a gás, turbinas de aeronaves, componentes do motor diesel (ALVARENGA, 2006). A previsão do local de início da trinca e da velocidade de propagação da mesma ou redes de trincas durante o ciclo térmico auxilia na previsão da vida útil do componente ou equipamento em funcionamento.

Srivastava, Joshi e Shivpuri (2004) e Bhat et al. (1999) relatam que os gradientes térmicos gerados pelo aquecimento e resfriamento, colocam a superfície da matriz em compressão durante o aquecimento e em tração durante o resfriamento, isto provoca a formação de trincas na superfície das matrizes ou moldes, que são popularmente conhecidas como “trincas térmicas”. Estas não só levam à deterioração do acabamento da superfície, mas também podem se propagar com o tempo, levando a uma falha total do molde ou da matriz.

O processo de fadiga térmica pode ser dividido em três etapas parcialmente sobrepostas:

---

---

**1ª Etapa** - Endurecimento cíclico e/ou amolecimento: uma vez que o carregamento cíclico em metais e ligas metálicas podem causar alterações em suas estruturas e, conseqüentemente, mudanças em suas propriedades (SILVA JR. et al., 2017; CALISKANOGLU et al., 2002). Uma evolução adicional nas propriedades mecânicas do material, durante o serviço, é esperada, resultando em particular na perda de resistência. A redução na dureza pode ser explicada por mudanças microestruturais devido ao revenido, como espessamento de partículas fortalecedoras (por exemplo, carbonetos secundários) conhecidas como amadurecimento de Ostwald (JILG e SEIFERT, 2018; HU et al., 2006). Se alterações microestruturais não forem consideradas no projeto da ferramenta, falhas inesperadas poderão ocorrer na mesma.

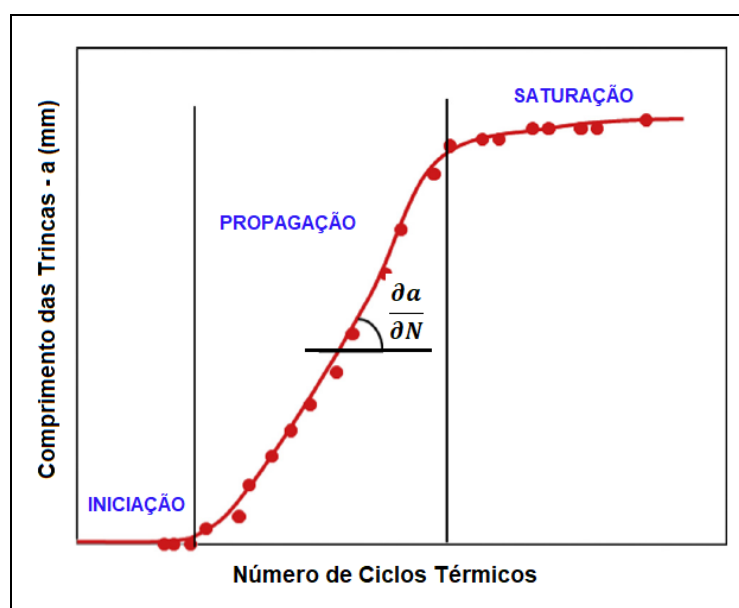
**2ª Etapa** - Nucleação da trinca: gradientes térmicos cíclicos gerados na superfície das ferramentas durante o processo de injeção do metal líquido induzem tensões altas o suficiente para impor deformações elásticas e plásticas na superfície da ferramenta, local típico da fadiga de baixo ciclo (MOLAS et al., 2013; SILVA JR. et al., 2017). Em moldes e matrizes, que tiveram a superfície da cavidade de trabalho nitretada, a taxa de propagação de trinca é reduzida por causa da tensão de compressão na camada de difusão, que neutraliza a tensão de tração aplicada durante o ciclo térmico (EBNER et al., 2008).

**3ª Etapa** - Propagação de trincas: tipicamente dependente da tenacidade, maior tenacidade propicia maior resistência à propagação de trincas (GONÇALVES, 2012), porém a iniciação destas depende da resistência a quente e ao revenido (MALM; NORSTRÖM, 1979). Por outro lado, em moldes e matrizes para injeção de alumínio, onde os ferramentais são expostos à erosão devido à fadiga térmica e à corrosão devido ao frequente contato com o metal líquido, trincas de origem térmica e oxidação surgem no decorrer de sua vida útil. Estas trincas se propagam com facilidade devido ao preenchimento com o metal fundido e pela oxidação. A camada de óxido de ferro frágil (oxidação) induz a nucleação e conseqüentemente a propagação das trincas (PELLIZZARI; UGUES; CIPOLLONI, 2013).

---

A figura 26 ilustra uma sistemática para a análise da evolução dos comprimentos das trincas em função do número de ciclos térmicos em peças submetidas ao ciclo de fadiga térmica. Mellouli et al. (2014) identificou, nesta figura, os três estágios desenvolvidos pelas trincas: iniciação, propagação e saturação realizando ensaios de fadiga térmica em corpos de prova de aço AISI H13 com durezas entre 36 HRC e 49 HRC, ciclo térmico definido entre 25°C e 750°C e tempos de aquecimento e resfriamento fixados em 240 e 120 s, respectivamente, para representar o carregamento térmico de uma matriz de fundição sob pressão em condições operacionais. Para identificar os três estágios desenvolvidos pelas trincas, os testes foram interrompidos regularmente e as amostras foram examinadas por microscopia eletrônica de varredura e microscopia óptica.

**Figura 26:** Evolução típica do comprimento da trinca (início, propagação e saturação) vs. número de ciclos térmicos.



Sendo:

$$\frac{\delta a}{\delta N} = \frac{\text{Variação do comprimento das trincas}}{\text{Variação do Número de Ciclos Térmicos}}$$

Fonte: Mellouli et al. (2014)

Ferramentas e matrizes, sob condições operacionais, são submetidas a gradientes térmicos. O núcleo é mantido mais frio que a superfície e o fluxo de calor flui do material fundido/injetado para o molde, aquecendo sua superfície durante um intervalo de tempo em que ambos estão em contato, seguidos do resfriamento total da matriz e finalizando com a remoção da peça. Gradientes térmicos levam a variações dimensionais, induzindo a geração de tensões e deformações mecânicas

---

cíclicas que podem proporcionar falhas por fadiga térmica (STARLING; BRANCO, 1997). A fim de reduzir a temperatura da superfície do molde para aumentar sua durabilidade, diferentes estratégias têm sido estudadas: uma delas é aumentar a taxa de extração de calor do molde por meio da otimização dos sistemas de resfriamento e, a outra, é modificar as propriedades térmicas do aço utilizado na ferramenta. Pequenas mudanças nas propriedades térmicas do aço se traduzem em uma diminuição no gradiente térmico superficial, que reduz as tensões da superfície e aumenta a resistência à fadiga térmica (MOLAS et al., 2013; EBNER et al., 2008).

Como exemplo, na indústria de fundição de metais sob pressão, o desgaste das matrizes é causado principalmente devido à necessidade de reutilização múltipla da matriz para uma produção típica de mais de 100.000 peças fundidas a uma taxa de 2.500 ciclos por dia. Nesta taxa de produção, torna-se imperativo que o metal fundido seja introduzido na cavidade do molde a altas velocidades de fluxo (média de 40 m/s) e solidifique rapidamente para ejeção rápida. Este ciclo térmico rápido resulta em gradientes de temperatura da ordem de 1000°C/cm. Assim, as matrizes são submetidas a condições muito adversas que combinam altas temperaturas, impacto de metal fundido, alta pressão de injeção, ciclagem mecânica e ciclagem térmica. Estas condições de ciclo extremo e rápido afetam também os outros componentes do conjunto da matriz, tais como os núcleos e os pinos ejetores (BHAT et al., 1999).

Portanto, prever e aumentar a vida útil dos moldes e matrizes, quanto à falha por fadiga térmica, tornou-se uma grande preocupação para a indústria de fundição sob pressão, forjamento, e extrusão.

#### **3.4.1. Influência da Nitretação na Fadiga Térmica**

As nitretações, a plasma e a gás, são os tratamentos de superfície mais usados em matrizes e moldes fabricados em aço ferramenta para trabalho a quente (ALTAN; DESHPANDE, 2011). Comumente, os efeitos da nitretação nas propriedades do material dependem da composição do mesmo e do gradiente final de dureza na camada de nitreto, que varia com os parâmetros do processo, como porcentagem de nitrogênio, temperatura e tempo de nitretação (ALTAN; DESHPANDE, 2011; SILVA JR. et al., 2017). Mudanças nos parâmetros do

---



---

processo implicam diretamente na composição da camada de composto e na camada de difusão, exercendo uma forte influência na resistência à fadiga térmica.

Com relação à camada de composto, diferentes resultados são mostrados por pesquisadores sobre a influência desta na fadiga térmica.

Liu et al. (2019) ao submeter o aço AISI H13 nitretado a gás ao ensaio de fadiga térmica verificaram que as amostras com camada de composto apresentaram uma maior rede de trincas térmicas, ao longo da superfície, comparando com as amostras nitretadas sem camada de composto. Mas, nas amostras com camada de composto a profundidade das trincas em direção ao núcleo foram menores. Devido à distribuição de dureza superficial relativamente mais elevada, gerada pela camada de composto, esta retardou a propagação das trincas em direção ao núcleo da peça (na profundidade). Pellizzari, Molinari e Straffelini (2003) relatam que a camada de composto mais fina e compacta apresenta melhor comportamento quanto à resistência à fadiga térmica.

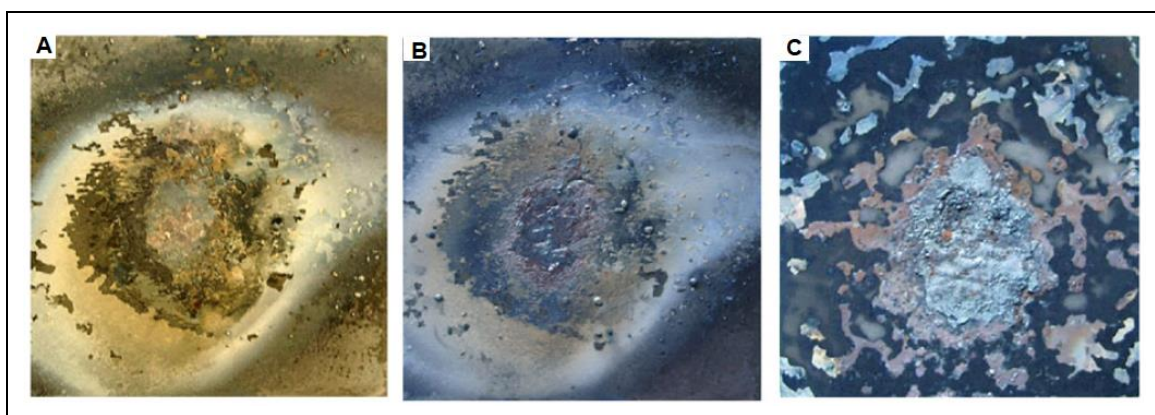
Birol (2010) estudou a resistência à fadiga térmica do aço X32CrMoV33 (AISI H10) nas condições:

- ① temperado e revenido: austenitização a 1025°C por 30 minutos, duplo revenimento a 625°C por 2 horas e dureza média de 45 HRC;
- ② nitretado a plasma sem camada de composto: plasma com descarga incandescente de corrente contínua a 520°C por 12 horas em uma atmosfera 100% de gás NH<sub>3</sub> e pressão total de 100 Pa; 150 µm de camada de difusão.

Na condição temperado e revenido, os corpos de prova atingiram 1500 ciclos conforme figura 27. Já na condição nitretado os corpos de prova atingiram no máximo 500 ciclos. Segundo Birol (2010) embora não houvesse trincas por fadiga térmica na superfície nitretada neste estágio (500 ciclos), a integridade da superfície foi prejudicada além do nível de qualidade que seria tolerado em aplicações industriais (figura 28). Nas duas condições o fator limitante foi à extensa oxidação sofrida durante a ciclagem térmica. Neste caso, os corpos de prova nitretados a plasma, mesmo sem a presença de camadas de composto, não ofereceram qualquer melhoria quanto à fadiga térmica, apresentando um desempenho pior comparando-o com os temperados e revenidos.

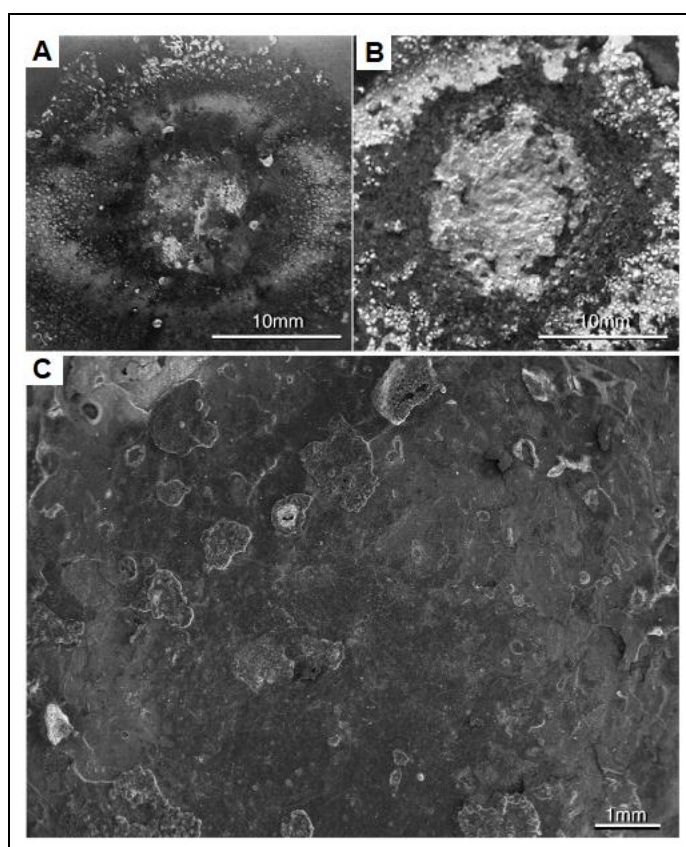
---

**Figura 27:** Macrografia da face do aço X32CrMoV33 (H10) durante o ensaio de fadiga térmica (A) 500 ciclos (B) 1000 ciclos (C) 1500 ciclos



Fonte: adaptado de Birol (2010)

**Figura 28:** Micrografia ótica da face do aço X32CrMoV33 (H10) nitretado a plasma após (A) 250 ciclos e (B) 500 ciclos (C) MEV da face após 500 ciclos do ensaio de fadiga térmica

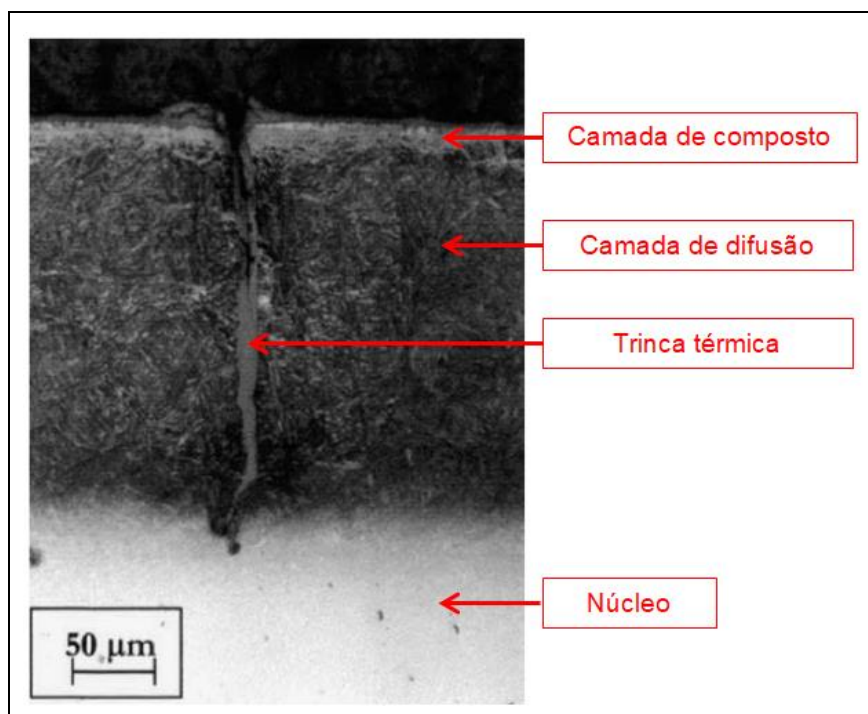


Fonte: adaptado de Birol (2010)

Yeh et al. (2013), estudaram o desempenho quanto à resistência à fadiga térmica para os aços JIS SKD61 (AISI H13) e JIS SKD61 modificado (AISI H13 modificado) nas seguintes condições: (1) normalizado; (2) temperado e revenido; (3) nitrocarbonetado e (4) nitretado a plasma em baixa pressão. Os corpos de prova do aço JIS SKD61 modificados (adição de molibdênio), com uma camada nitretada homogênea, submetidos ao processo de nitretação à baixa pressão apresentaram o melhor desempenho à fadiga térmica, seguido do desempenho do aço JIS SKD61 submetido ao mesmo processo.

A camada de difusão, tal como com a camada de composto, apresenta baixa tenacidade na qual favorece a rápida propagação de trinca da superfície para o núcleo, que possui a microestrutura original do material base (PELLIZZARI; MOLINARI; STRAFFELINI, 2001). Isso ocorre porque a superfície nitretada induz uma perda de tenacidade na camada de difusão, o que facilita a propagação da trinca em toda a camada, como demonstrado na figura 29.

**Figura 29:** Micrografia ótica da seção transversal da região nitretada, amostra de aço AISI H11.



Fonte: adaptado de Pellizzari, Molinari e Straffelini (2002)

No entanto, a baixa tenacidade da camada nitretada pode ser melhorada por meio da realização de tratamentos de nitretação com razões mais baixas de  $N_2 / H_2$ , formando uma camada de difusão mais fina e com microdureza menor. Em qualquer caso, um excesso de nitretação deve sempre ser evitado, uma vez que uma camada mais espessa e uma camada de composto não homogênea mostram uma tendência em reduzir a resistência à fadiga térmica (PELLIZZARI; MOLINARI; STRAFFELINI, 2001). A baixa tenacidade da camada de difusão pode ser compensada pela maior tensão de compressão da camada branca (PENG et al., 2002).

### **3.5. Temperatura de Trabalho em Matriz para Fundição Sob Pressão**

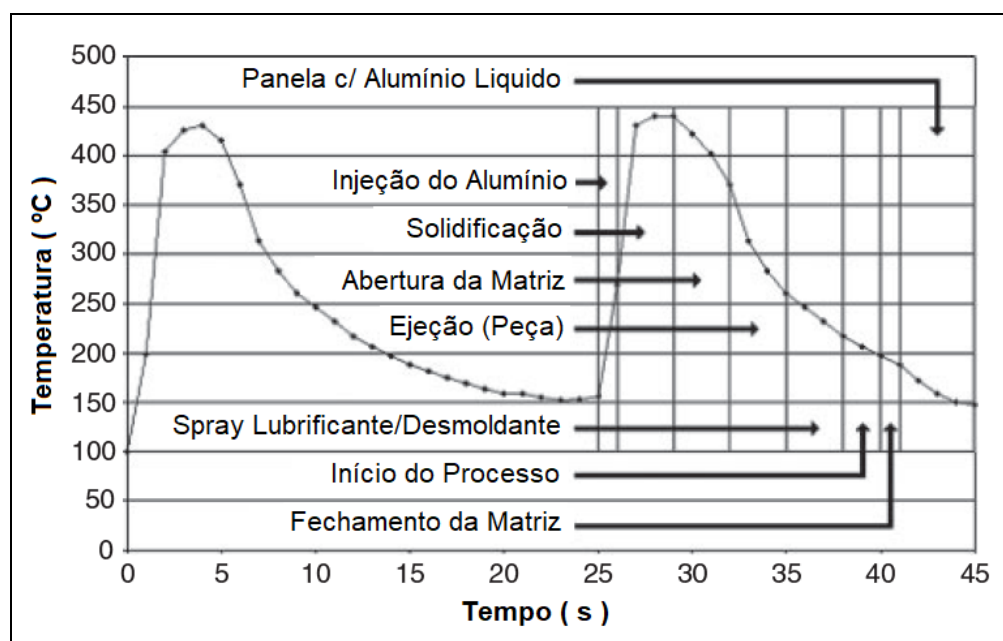
Segundo Vendramim (2018), a temperatura da superfície é o principal parâmetro que influencia a vida útil do molde fabricado em aço ferramenta para trabalho a quente, devido ao surgimento de tensões térmicas (gradiente de temperaturas). Além disso, uma diferença de temperatura na superfície de  $\pm 20^\circ\text{C}$  pode diminuir a vida útil do molde em até 50%.

Antes de fundir ligas de alumínio, a matriz é normalmente pré-aquecida a uma faixa de temperatura de 250 a  $300^\circ\text{C}$ , sendo a temperatura do fundido de aproximadamente  $700^\circ\text{C}$  e a velocidade de entrada do fundido na matriz é geralmente de 20 a 60 m/s. Já para uma liga de cobre, a matriz é pré-aquecida à temperatura entre 300 e  $350^\circ\text{C}$ , a velocidade de entrada do fundido é geralmente de 1 a 10 m/s, com o fundido chegando à temperatura de  $970^\circ\text{C}$  (PERSSON; HOGMARK; BERGSTROM, 2005)

Norwood et al. (2007) investigaram a temperatura que atinge a superfície de uma ferramenta (matriz), fabricada em aço AISI H13, montada em um máquina de fundição sob pressão de alumínio. Durante o processo, a superfície da matriz atingiu a temperatura entre 400 e  $450^\circ\text{C}$  em aproximadamente 1 segundo e durante o resfriamento atingiu a temperatura entre 150 e  $200^\circ\text{C}$  em aproximadamente 20 segundos (figura 30).

---

**Figura 30:** Ciclo térmico durante o processo de fundição sob pressão de uma liga de alumínio.



Fonte: Adaptado de Norwood et al, (2007)

Segundo Srivastava et al. (2003) durante o processo de fundição sob pressão de uma liga de alumínio, a superfície do molde é aquecida rapidamente durante a injeção e solidificação de metais líquidos, atingindo uma temperatura de pico de 457°C e rapidamente resfriada, à temperatura mínima de 107°C, com a aplicação de lubrificantes à base de água. Neste ciclo térmico, em 20 segundos gera-se uma variação de temperatura de 350°C.

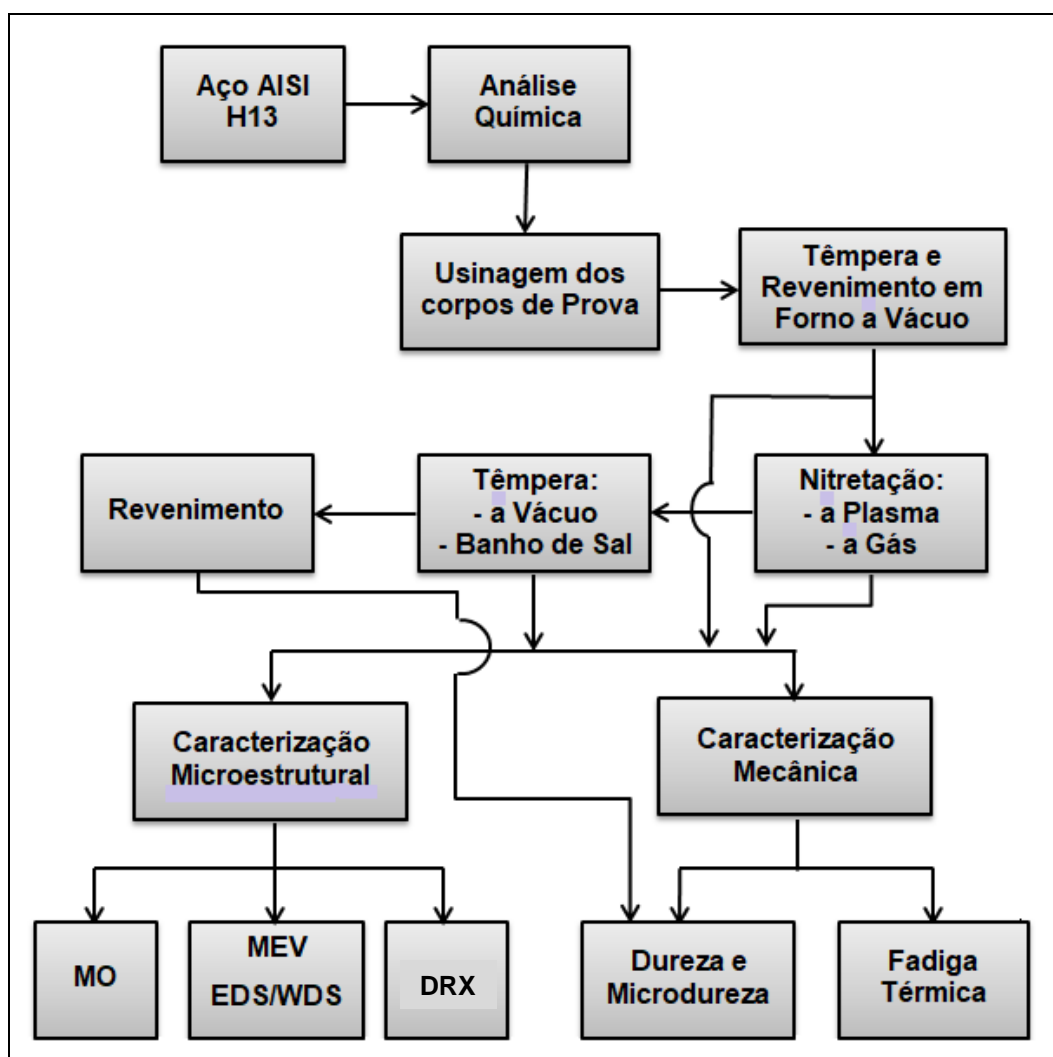
Silva Jr. (2019) realizou os ensaios de fadiga térmica nos corpos de prova, fabricados em aço AISI H11 modificado (baixo teor de silício), aquecendo-o a temperatura máxima de 630°C e resfriando até 150°C. Nesta pesquisa verificou-se a influencia de diferentes tratamentos superficiais na resistência à ciclagem térmica.

Sendo assim, o presente trabalho visou abordar a investigação dos efeitos dos tratamentos térmicos de têmpera, a vácuo e em banho de sal, e de revenimento no aço ferramenta AISI H13 nitretado pelos processos de nitretação a plasma e a gás, realizando caracterização microestrutural e mecânica na camada nitretada, antes e após a têmpera. Além disso, foi investigado o efeito do nitrogênio na curva de revenido e, submeteu-se os corpos de prova, sob diferentes condições superficiais, a ensaios de fadiga térmica.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os parâmetros de processo utilizados nos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento e nos tratamentos termoquímicos de nitretação a gás e a plasma e também no tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera no aço AISI H13. Além destes tratamentos, serão abordados os procedimentos e parâmetros de processos usados nos ensaios de fadiga térmica, e os procedimentos para realizações das caracterizações mecânicas e microestruturais. A figura 31 ilustra um diagrama esquemático evidenciando todo o desenvolvimento experimental da pesquisa.

**Figura 31:** Fluxograma do procedimento experimental do projeto.



Fonte: Próprio Autor

#### 4.1. Material

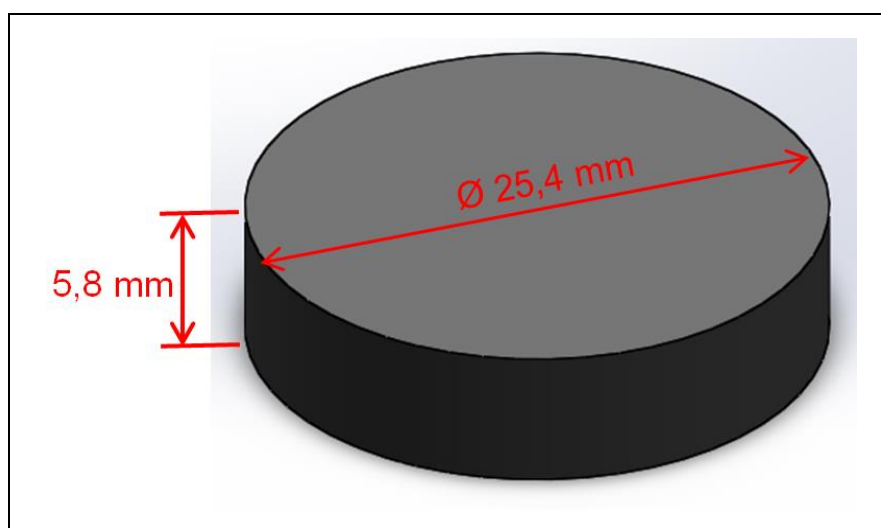
O aço AISI H13 foi recebido na forma de barra laminada e recozida, com diâmetro de 25,4 milímetros por 3 metros de comprimento. Para garantir a composição química deste aço foi solicitada a análise química ao laboratório MIB – Instituto de Materiais Tecnológicos do Brasil Ltda., na cidade de São Carlos. Realizou-se a análise no espectrômetro ANACOM CIENTÍFICA modelo B2 Advanced, usando-se o método de espectrometria de emissão óptica por centelhamento.

#### 4.2. Corpos de Prova

Para o desenvolvimento experimental da pesquisa foram definidos 2 (dois) tipos de corpos de prova com geometrias diferentes.

**Corpo de Prova TIPO 01:** Usinados no “formato de moeda” nas seguintes dimensões: diâmetro de 25,4 mm e espessura de 5,8 mm, conforme figura 32. As faces planas foram retificadas, diminuindo assim, a variação dimensional da espessura e a rugosidade.

**Figura 32:** Croqui com as dimensões dos corpos de prova TIPO 01.

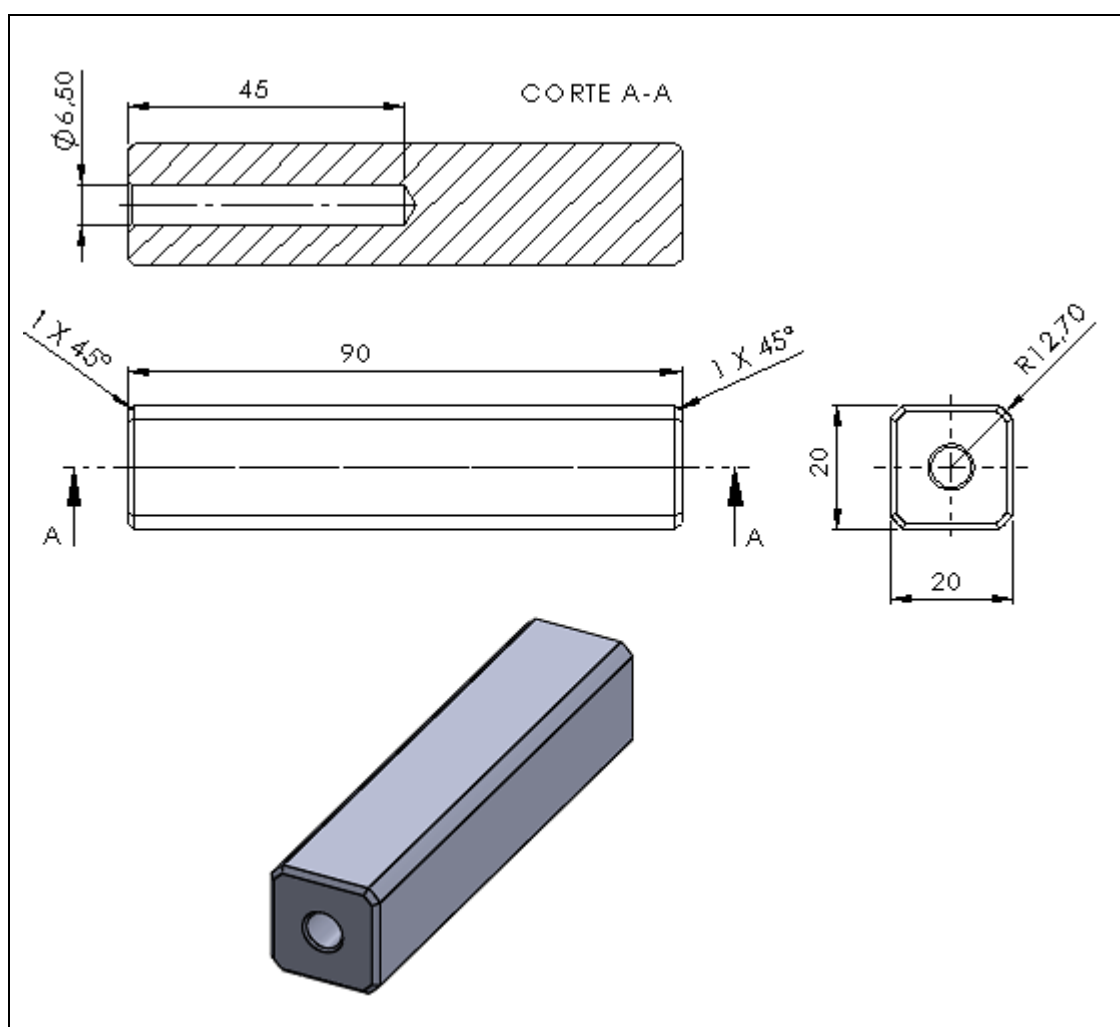


Fonte: Próprio Autor

**Corpo de Prova TIPO 02:** Para os ensaios de fadiga térmica definiu-se a geometria e as dimensões dos corpos de prova conforme mostrado na figura 33. Teve-se o cuidado em usar as barras de aço do mesmo lote de fabricação. A usinagem dos corpos de prova seguiram as seguintes etapas: corte dos *blanks*, torneamento e furação nas faces de  $\varnothing 25,4$  mm; fresamento e retificação das faces longitudinais (dimensão 20 x 90 mm). Assim conseguiu-se padronização nas dimensões dos corpos de prova.

Após o processo de usinagem todos os corpos de prova foram identificados com punção tipográfica. Os corpos de prova TIPO 01 foram identificados com números e os corpos de prova TIPO 02 foram identificados com letras.

**Figura 33:** Dimensões dos corpos de prova TIPO 02 usados no ensaio de fadiga térmica.



Fonte: Próprio Autor



---

### 4.3. Tratamentos Térmicos e Tratamentos Termoquímicos

#### 4.3.1. Têmpera e Revenimento em Forno a Vácuo

Após a usinagem completa dos corpos de prova TIPO 01 e TIPO 02, os mesmos foram submetidos ao tratamento térmico de têmpera e revenimento em forno a vácuo (figura 34). Estes tratamentos térmicos foram realizados na empresa ISOFLAMA Indústria e Comércio de Equipamentos Ltda na cidade de Indaiatuba – SP.

**Figura 34:** Fornos usados no tratamento térmico de têmpera e revenimento a vácuo pela empresa ISOFLAMA.



Fonte: adaptado de Vendramim [s.d.]

##### 4.3.1.1. Têmpera a Vácuo

O processo de têmpera (aquecimento, tempo de encharque e resfriamento) foi realizado em forno a vácuo SECO/WARWICK® de 12 bar de pressão máxima de gás nitrogênio para uso no resfriamento, potência do motor de 150 KVA e dimensões da câmara do forno de 900 x 600 x 600 mm. Para realização da têmpera a vácuo seguiu-se as etapas:

- I. Os corpos de prova foram condicionados em grelhas metálicas e colocados dentro da câmara do forno;
-

- 
- II. Fechou-se a porta do forno e realizou vácuo à temperatura ambiente. Ao atingir a pressão de  $10^{-2}$  mbar, a câmara foi preenchida com gás nitrogênio e iniciou-se o aquecimento;
  - III. Os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de 700 °C. Nessa etapa a transmissão de calor é mais eficiente por processo de condução (gás nitrogênio);
  - IV. Na temperatura de 700 °C realizou-se vácuo novamente para a ordem de pressão de  $10^{-2}$  mbar. Nesse estágio do processo, por conta do vácuo, a transmissão é mais eficiente por irradiação. Além disso, o vácuo protege a retorta de grafite do forno e a superfície dos corpos de prova contra o processo “descarbonetação”;
  - V. Os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de austenitização de 1030°C, permanecendo nesta temperatura por 40 minutos;
  - VI. Após cumprir o tempo de permanência na temperatura de austenitização, os corpos de prova foram resfriados com gás nitrogênio à pressão 5 bar.
  - VII. Os corpos de prova foram retirados do forno e levados para serem preparados para o processo de revenimento a vácuo.

#### **4.3.1.2. Revenimento a Vácuo**

O processo de revenimento (aquecimento, tempo de encharque e resfriamento) foi realizado no forno a vácuo SECO/WARWICK®. Este forno apresenta as seguintes características:

- (i) potência do motor de 80 KVA,
- (ii) dimensões da câmara de 900 x 600 x 600 mm.

Usou-se o gás nitrogênio nas etapas de aquecimento e resfriamento no processo de revenimento. Os corpos de prova foram revenidos 3 (três) vezes, no mesmo forno a vácuo, sendo o primeiro revenido a 500°C, o segundo a 600°C e o terceiro a 600°C, permanecendo em cada temperatura por 2 (duas) horas.

Como as amostras foram nitretadas após o revenimento, tomou-se o cuidado de definir a temperatura de revenido maior que a temperatura de nitretação

---

---

evitando assim, possíveis deformações e/ou alterações dimensionais após a nitretação.

Após o revenimento os corpos de prova foram submetidos aos ensaios de dureza e análise metalográfica.

#### 4.3.2. Nitretação a Gás

Os tratamentos de nitretação a gás foram realizados na empresa Delphi Technologies na cidade de Piracicaba – SP. Em 2018 a Delphi comemorou 20 anos em prestação de serviço de tratamento térmico. A planta da Delphi em Piracicaba é a única no mundo a realizar este serviço, sendo 60% da capacidade produtiva em tratamento térmico e termoquímico destinada a terceiros.

Antes dos corpos de prova (CP) serem colocados no forno de nitretação, eles foram submetidos ao processo de decapagem química para eliminação de sujeiras, óxidos e óleos contaminantes, provenientes do manuseio e de processos anteriores, que pudessem interferir na qualidade do tratamento de nitretação.

Os corpos de prova TIPO 01 e TIPO 02 foram nitretados a gás em fornos elétricos tipo poço, como mostra a figura 35, com os parâmetros de processo definidos na tabela 05.

**Tabela 05:** Parâmetros de processo usados na nitretação gás

Geometria dos CP's	Temperatura de Nitretação	Tempo de nitretação	Gás nitretante
TIPO 01	540°C	42 h	NH <sub>3</sub>
		84 h	
TIPO 02	540°C	84 h	NH <sub>3</sub>

Fonte: Próprio Autor

---

**Figura 35:** Forno tipo poço usado no processo de nitretação a gás na empresa DELPHI.



Fonte: Próprio Autor

#### 4.3.3. Nitretação a Plasma

Como a têmpera e o revenimento a vácuo, a nitretação a plasma foi realizada pela empresa ISOFLAMA. O equipamento da ISOFLAMA é uma planta integrada de nitretação por plasma pulsado em forno a vácuo. O sistema opera como uma unidade autônoma controlada por CLP (Controlador Lógico Programável) e supervisionada através de uma interface gráfica em um computador. O sistema de controle permite definir os parâmetros do processo, supervisionar a operação, armazenar programas completos de processo e emitir relatórios (tabelas e gráficos) das diversas variáveis do ciclo térmico e de implantação (VENDRAMIM, [s.d.]).

Segundo Vendramim [s.d.], os fornos de nitretação a plasma da ISOFLAMA (figura 36) apresentam as seguintes características:

- Forno vertical tipo “campânula”, com levantador giratório motorizado;
- Dimensões úteis: 900 x 1600 mm;
- Mínima e máxima temperatura de processo: 150 – 650 °C;

- Máximo desvio de temperatura na região de trabalho:  $\pm 3$  °C (temporal e espacial);
- Carga máxima: 2.000 kg;
- Potência máxima de plasma: 108 KVA;
- Corrente máxima de pulso: 120 A;
- Tensão máxima de pulso: 900 V;
- Sistema de vácuo composto por bombas mecânicas de duplo estágio e tipo “root”;
- Circuito fechado de refrigeração por água;
- “Down Stream Control” da pressão do forno;
- Controle da vazão dos gases mediante “mass flowmeter controllers”

**Figura 36:** Fornos de nitretação a plasma na empresa Isoflama.



Fonte: adaptado de Vendramim, [s.d.]

A nitretação a plasma foi realizada em duas etapas:

Na primeira etapa foram nitretados os corpos de prova TIPO 01 com 3 (três) tempos de nitretação diferentes, como definido na tabela 06.

Na segunda etapa nitretou-se os corpos de prova TIPO 02. Optou-se pelo maior tempo de nitretação (tabela 06) devido este apresentar a maior porcentagem (em massa) de nitrogênio e conseqüentemente, maior profundidade da camada nitretada (camada de difusão).

**Tabela 06:** Parâmetros de processo usados na nitretação a plasma

Geometria dos CP's	Parâmetros	<i>Sputtering</i>	Nitretação a Plasma		
TIPO 01	Temperatura (°C)	520	520		
	Tempo (h)	3	12	24	40
	Mistura Gasosa (%)	--	80% N <sub>2</sub> / 20% H <sub>2</sub>		
TIPO 02	Temperatura (°C)	520	520		
	Tempo (h)	3	40		
	Mistura Gasosa (%)	--	80% N <sub>2</sub> / 20% H <sub>2</sub>		

Fonte: Próprio Autor

#### 4.3.4. Têmpera Após a Nitretação

##### 4.3.4.1. Têmpera em Banho de Sal Sobre a Camada Nitretada

O tratamento térmico de têmpera em banho de sal foi realizado na empresa Techniques Sufaces do Brasil (TS do Brasil), filial do Grupo Francês HEF (Hydromecanique et Frottement) com vasta experiência em tratamentos térmicos, termoquímicos e revestimentos industriais em suas unidades.

Antes de iniciar a têmpera em banho de sal, os corpos de prova TIPO 01 foram divididos em 3 (três) lotes conforme mostrado na tabela 07. Cada lote continha 25 (vinte e cinco) corpos de prova, sendo 5 (cinco) submetidos a cada tipo de nitretação antes da têmpera. Devido os corpos de prova serem pequenos, estes foram amarrados usando arame e tela comum de aço galvanizado como pode ser visto na figura 37.b.

**Tabela 07:** Parâmetros de processo para os CP's TIPO 01 temperados em banho de sal após a nitretação a plasma ou a gás.

Tratamento de Nitretação submetido aos CP's <u>antes</u> da têmpera em banho de sal	Temperatura de austenitização ( °C )	Tempos de encharque na austenitização ( minutos )		
CP nitretado a gás – 42 horas	1030°C	10	20	50
CP nitretado a gás – 84 horas				
CP nitretado a plasma – 12 horas				
CP nitretado a plasma – 24 horas				
CP nitretado a plasma – 40 horas				

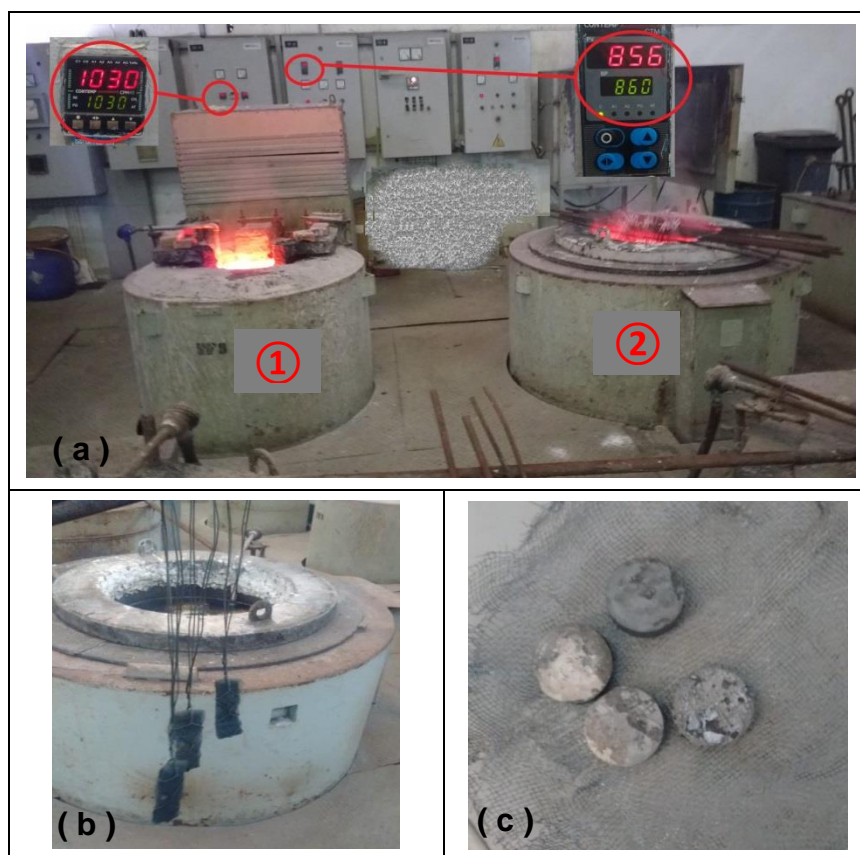
Fonte: Próprio Autor

Para a execução da têmpera em banho de sal foram definidos as seguintes etapas e parâmetros de processo:

- i. Primeiramente os corpos de provas são embalados em uma tela metálica e amarrados com amare galvanizado (figura 37.b);
- ii. Os corpos de prova são colocados em um forno tipo poço e pré-aquecimentos a 860°C por 20 minutos em banho de sal neutro com proteção contra descarbonetação (figura 37.a);
- iii. Após a etapa (ii), coloca-se os corpos de prova em outro forno tipo poço, com temperatura de austenitização de a 1030°C, em banho de sal neutro com proteção contra descarbonetação, com 3 (três) tempos de encharque diferentes, sendo: 10, 20 e 50 minutos, respectivamente;
- iv. Após o item (iii) os corpos de prova são resfriados em um forno tipo poço, em banho de sal a 500°C por 10 minutos;
- v. Após o item (iv) os corpos de prova são resfriados, em forno seco, a 180°C por 20 minutos;
- vi. Após o item (v) os corpos de provas são resfriados ao ar até atingir a temperatura ambiente;
- vii. Lavagem e oleamento.

Após a têmpera em banho de sal, os corpos de prova TIPO 01 foram levados para ensaio de dureza, microdureza e análise da microestrutura como será explanado nos próximos capítulos.

**Figura 37:** Têmpera em banho de sal realizada na empresa Techniques Surfaces do Brasil; (a) Fornos usados nas etapas de: (1) austenitização a 1030°C e (2) pré-aquecimento a 860°C; (b) amarração dos corpos de prova a serem temperados em banho de sal e (c) corpos de prova após a têmpera em banho de sal.



Fonte: Próprio Autor

Com os resultados dos ensaios mecânicos e microestruturais realizados nos corpos de prova TIPO 01 definiu-se uma rota de têmpera em banho de sal a ser aplicada nos corpos de prova TIPO 02 (CP para ensaio de fadiga térmica) conforme pode ser visto na tabela 08.



---

**Tabela 08:** Parâmetros de processo para os CP's TIPO 02 temperados em banho de sal após a nitretação a plasma ou a gás.

CP	Tratamento de Nitretação submetido aos CP's <u>antes</u> da têmpera em banho de sal	Temperatura de austenitização	Tempo de encharque na austenitização
TIPO 2	CP nitretado a gás – 84 horas	1030°C	50 minutos
	CP nitretado a plasma – 40 horas		

Fonte: Próprio Autor

As etapas e parâmetros de processo usados na têmpera em banho de sal nos CP's TIPO 02 foram os mesmos utilizados no tratamento térmico nos CP's TIPO 01.

Após a têmpera foram realizados, nos corpos de prova TIPO 02, ensaios de caracterização mecânica e caracterização microestrutural.

#### **4.3.4.2. Têmpera a Vácuo Sobre a Camada Nitretada**

Para a realização da têmpera a vácuo sobre a camada nitretada usaram-se os mesmos parâmetros de processo definido no **item 4.3.1.1**. Este tratamento foi realizado na empresa ISOFLAMA. Como mostrado na tabela 09, o lote de CP's TIPO 01 a serem temperados a vácuo após a nitretação, é composto por 25 (vinte e cinco) CP's, sendo 5 (cinco) submetidos a cada tipo de nitretação antes da têmpera. Também foram usados 5 (cinco) CP's TIPO 02 submetidos a cada tipo de nitretação antes da têmpera.

---

**Tabela 09:** Parâmetros de processo para os CP's temperados a vácuo após a nitretação a plasma ou a gás.

Tratamento de Nitretação submetido aos CP's <u>antes</u> da têmpera a vácuo	Tipo de CP	Temperatura de austenitização	Tempo de encharque na austenitização
CP nitretado a gás – 42 horas	TIPO 01	1030°C	40 minutos
CP nitretado a gás – 84 horas	TIPO 01 TIPO 02		
CP nitretado a plasma – 12 horas	TIPO 01		
CP nitretado a plasma – 24 horas	TIPO 01		
CP nitretado a plasma – 40 horas	TIPO 01 TIPO 02		

Fonte: Próprio Autor

Após a têmpera a vácuo, os corpos de prova foram levados para ensaio de dureza, microdureza e microestrutura.

#### 4.3.5. Revenimento: Identificação da Temperatura de Endurecimento Secundário

Um dos objetivos da pesquisa é identificar a influência do nitrogênio, inserido na microestrutura do aço AISI H13, após submeter o aço ao tratamento combinado de têmpera (a vácuo ou em banho de sal) sobre a camada nitretada (a gás ou a plasma). Desse modo poder-se-ia identificar se a porcentagem de nitrogênio presente na microestrutura altera a temperatura de revenido referente ao pico do endurecimento secundário. Os parâmetros de processos usados no tratamento de revenimento foram definidos na tabela 10.

O revenimento foi realizado no forno mufla (figura 38), marca/modelo: MAITEC – FORNOS INTI / FL-1300, do laboratório de tratamento térmico do departamento de engenharia de materiais da EESC/USP.

**Tabela 10:** Combinação de dois ou mais tratamentos térmicos e termoquímicos para levantamento da curva do revenido

Tratamentos Térmicos e Termoquímicos (tratamentos combinados)	Temperatura de Revenimento (°C)	Tempo de Revenimento (h)
Têmpera a vácuo + Revenimento em diferentes temperaturas	420°, 460°, 480°, 500°, 520°, 540°, 560°, 600° e 650°	2h + 2h
Nitretação a plasma (40h) + Têmpera a vácuo + Revenimento em diferentes temperaturas		
Nitretação a plasma (40h) + Têmpera em banho de sal (50 min) + Revenimento em diferentes temperaturas		
Nitretação a gás (84h) + Têmpera a vácuo + Revenimento em diferentes temperaturas		
Nitretação a gás (84h) + Têmpera em banho de sal (50 min) + Revenimento em diferentes temperaturas		

Fonte: Próprio Autor

**Figura 38:** Forno mufla do laboratório de tratamento térmico da EESC/USP.



Fonte: Próprio Autor

---

#### 4.4. Ensaaios de Caracterização Mecânica

##### 4.4.1. Ensaaios de Dureza

Os ensaios de dureza foram realizados após os tratamentos térmicos, em todos os corpos de prova, sendo possível comprovar a estabilidade do processo. Usou-se como unidade de medida Rockwell-C (HRC), conforme especificado na norma ASTM-E18 (2019). Em cada corpo de prova foram realizados 6 (seis) medições de dureza, sendo 3 (três) em cada face plana. As medições foram realizadas usando o durômetro marca/modelo LECO®/RT240, do departamento de engenharia de materiais (SMM) da EESC/USP.

##### 4.4.2. Ensaio de Microdureza

Os ensaios de microdureza foram realizados nos corpos de prova que passaram pelos tratamentos termoquímicos de nitretação a plasma, nitretação a gás e nitretação (a gás ou a plasma) seguida de têmpera (a vácuo ou banho de sal). Este ensaio teve como finalidade inspecionar o perfil de microdureza e consequentemente a profundidade da camada nitretada.

Para realização do ensaio de microdureza, os corpos de prova foram cortados transversalmente, usando uma cortadora metalográfica (*cut-off*). Uma seção transversal do corpo de prova foi embutida em baquelite, lixada (100 – 1200 *mesh*) e polida com alumina (Alumina em suspensão – 1 $\mu$ m).

As medições foram realizadas usando o microdurômetro marca/ modelo LEICA®/VMHT MOT, do departamento de engenharia de materiais (SMM) da EESC/USP (figura 39). Definiu-se como unidade de medida *Hardness Vickers* (HV<sub>0,1</sub>). As medições foram realizadas da face lateral em direção ao centro da amostra. Em cada deslocamento foram executadas 3 (três) medições gerando uma média e desvio-padrão.

---

**Figura 39:** Inspeção de microdureza com microdurômetro marca LEICA®, modelo VMHT MOT, do departamento de engenharia de materiais da EESC/USP.



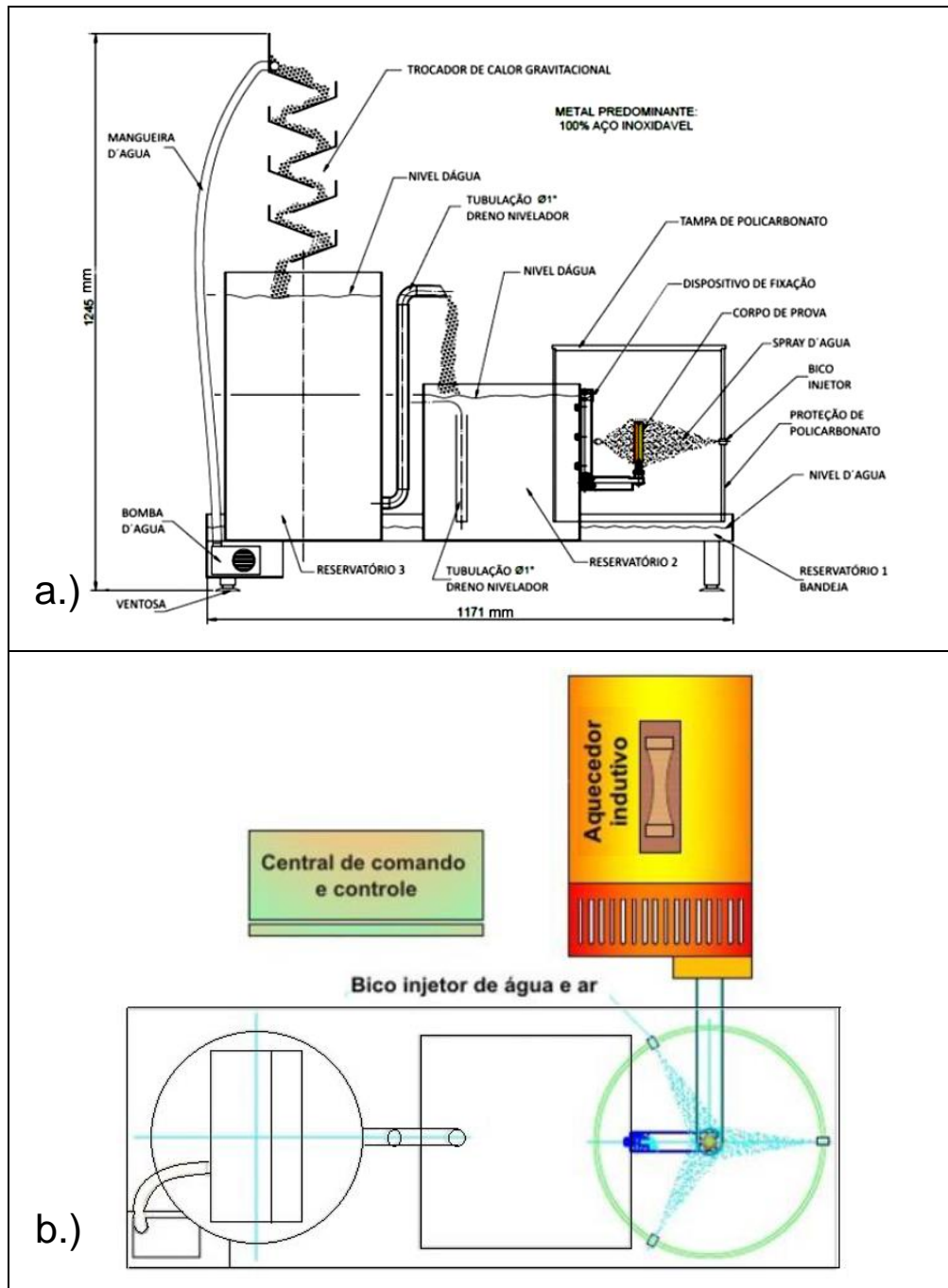
Fonte: Próprio Autor

#### **4.4.3. Ensaio de Fadiga Térmica**

##### **4.4.3.1. Máquina de Fadiga Térmica**

Os ensaios de fadiga térmica foram realizados na máquina para ensaio de fadiga térmica do laboratório de tratamento térmico do departamento de engenharia de materiais da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC/USP), conforme mostrado nas figuras 42 e 43. Esta máquina foi projetada e construída pelo aluno de doutorado Ruy Ribeiro da Silva Junior no desenvolvimento de sua tese.

**Figura 40:** Desenho esquemático da máquina de fadiga térmica do departamento de engenharia de materiais da EESC/USP; a.) vista lateral; b.) vista superior.



Fonte: Silva Jr. (2019)

**Figura 41:** Máquina para ensaio de fadiga térmica do departamento de engenharia de materiais (SMM) da EESC/USP.



Fonte: Silva Jr. (2019)

A máquina mostrada na figura 41 é composta por (SILVA Jr., 2019):

- ✓ Uma central de comando e controle (PLC);
- ✓ Aquecedor indutivo com potência de 10 kW;
- ✓ Três bicos injetores de água e ar (ligados a rede de ar comprimido) posicionados em círculo, dispostos a 120° um do outro;
- ✓ Sistema de recirculação de água e (3) três reservatórios auxiliares (figura 40.a e 40.b), sendo:
  - ◆ Reservatório 01: reservatório para coleta de água injetada no corpo de prova;
  - ◆ Reservatório 02: reservatório para alimentar os bicos injetores (refrigeração dos corpos de prova);
  - ◆ Reservatório 03: reservatório conjugado com um trocador de calor gravitacional para resfriamento da água em circulação.

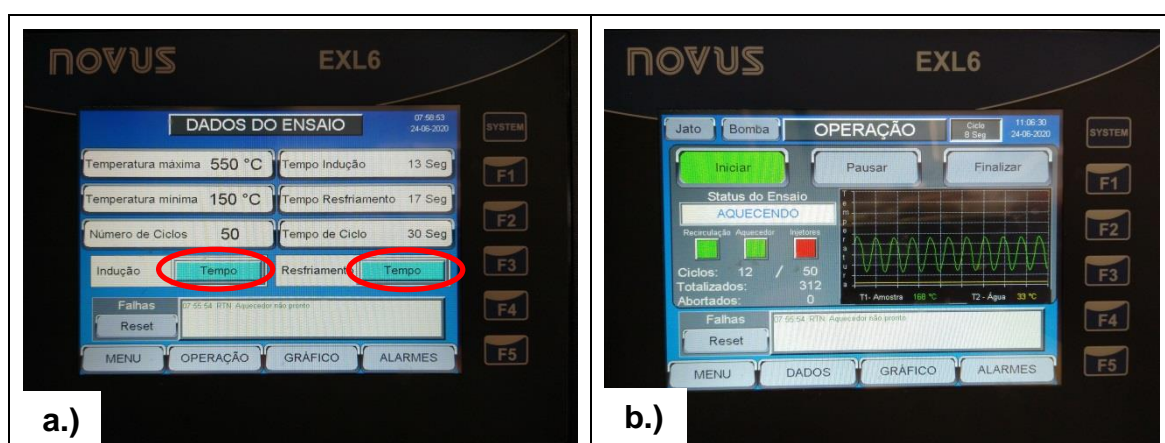
#### 4.4.3.2. Parâmetros Usados no Ensaio de Fadiga Térmica

Para definir os parâmetros a serem usados no processo de ciclagem térmica desse trabalho, necessitou-se saber qual a temperatura que a superfície da cavidade do molde, fabricado em aço ferramenta para trabalho a quente, atinge durante o processo de fundição por gravidade, sob alta pressão ou baixa pressão de uma liga metálica, como exemplo liga de alumínio e liga de cobre.

Com base nas temperaturas definidas pelos pesquisadores Silva Jr. (2019); Vendramim (2018); Norwood et al. (2007); Persson; Hogmark; Bergstrom (2005); Srivastava et al. (2003) e realizando ensaios preliminares nos corpos de prova, variando o tempo de aquecimento e resfriamento com objetivo de conseguir o maior gradiente de temperatura, foram definidos os seguintes parâmetros (figura 42) para a execução dos ensaios de fadiga térmica:

- Tempo de pré-aquecimento: 2 segundos;
- Tempo de aquecimento: 13 segundos;
- Tempo médio de resfriamento: 17 segundos;
- Pressão média de resfriamento: 6 a 8 Bar;
- Temperatura média (externa) máxima do ciclo: 550°C;
- Temperatura média (externa) mínima do ciclo: 150°C;
- Temperatura média da água de resfriamento: 30°C.

**Figura 42:** Tela do software da máquina de fadiga térmica. **a.)** parâmetros de processo. **b.)** modo de operação da máquina.



Fonte: Próprio Autor



---

O software supervisor da máquina (figura 42.a) disponibiliza duas opções para definir os parâmetros do ensaio:

① Definir os valores de temperatura máxima e temperatura mínima e deixar livre (em função da temperatura) os valores referentes aos tempos de aquecimento e resfriamento;

② Definir os valores para os tempos de aquecimento e de resfriamento e deixar livre (em função dos tempos) os valores referentes à temperatura máxima e mínima.

Silva Jr. (2019), responsável pelo projeto e construção da máquina, relata que durante o “*try out*” da máquina identificou-se que, os resultados dos ensaios de fadiga térmica parametrizando conforme a opção ② foram mais eficazes comparando-o quando parametrizados pela opção ①.

Assim, optou-se por realizar os ensaios de fadiga térmica definindo os parâmetros conforme opção ②.

O número de ciclos térmicos foi definido em: 200, 400, 600 e 800 ciclos, sendo que a cada 100 ciclos o ensaio era interrompido para análise visual do corpo de prova.

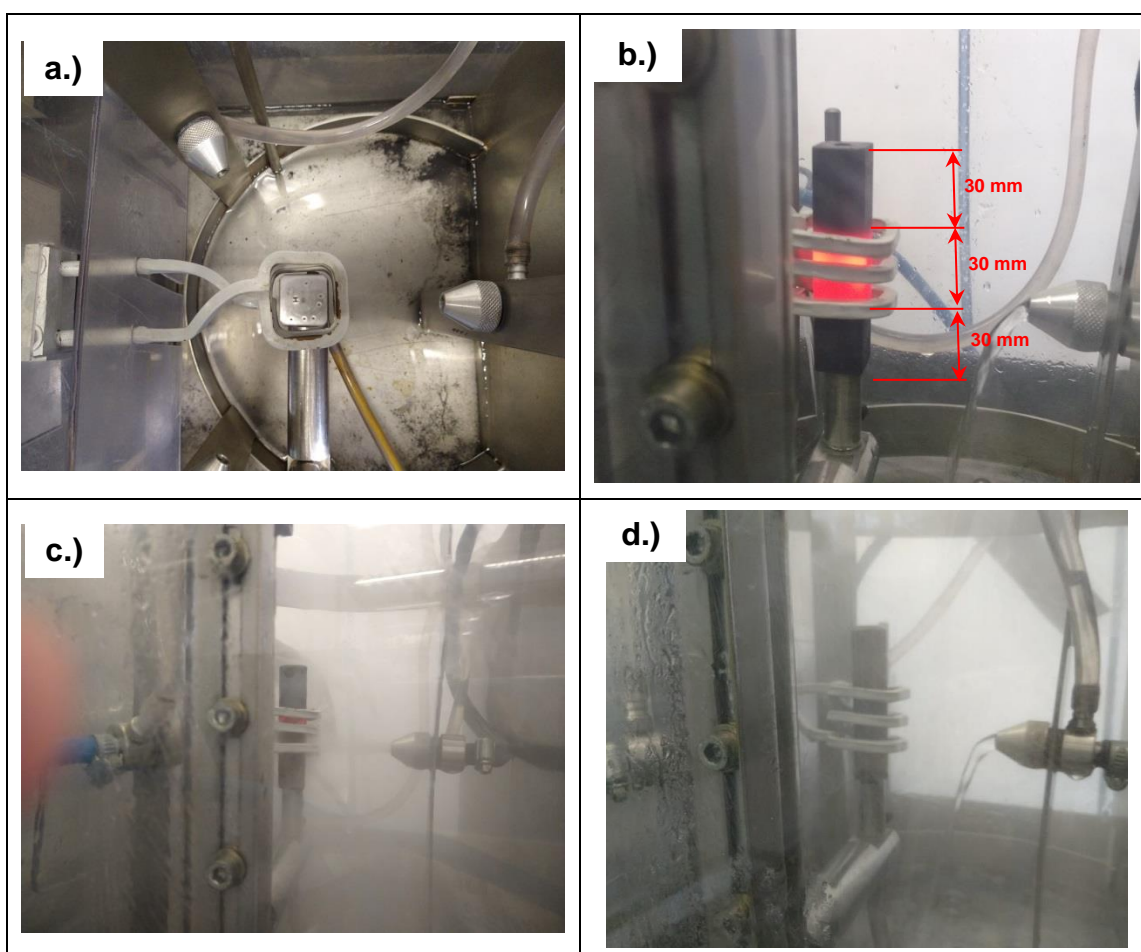
#### 4.4.3.3. Realização do Ensaio de Fadiga Térmica

Para a realização do ensaio de fadiga térmica seguiu-se as seguintes etapas:

- i. Na tela de DADOS DE ENSAIO, no software da máquina, definiram-se os parâmetros do tempo de indução/aquecimento (13 segundos) e do tempo de resfriamento (17 segundos) conforme figura 42.a;
  - ii. Colocou-se o corpo de prova no centro da bobina de indução (figura 43.a), guiado pelo termopar e apoiado sobre o suporte do termopar (figura 44);
  - iii. O corpo de prova foi posicionado com aproximadamente 30 mm acima, 30 mm no centro e 30 mm abaixo da bobina de indução, como pode ser visto na figura 43.b. A região aquecida pela bobina de indução foi usada para análise das trincas.
  - iv. Após o posicionamento iniciou-se o ciclo de ciclagem térmica acionando a tecla INICIAR na tela de OPERAÇÕES do software (figura 42.b).
-

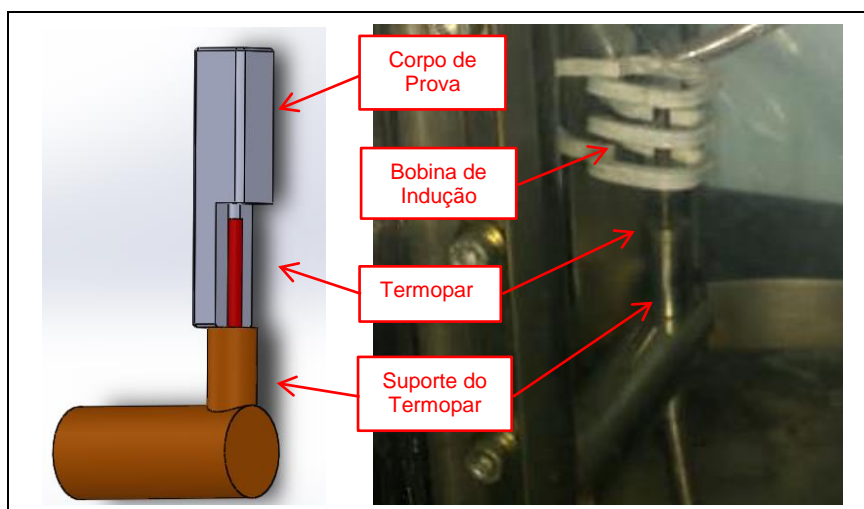
- v. O aquecimento é realizado por indução e o resfriamento é realizado por uma mistura de ar comprimido e água como mostrado nas figuras 45.b, 45.c e 45.d;
- vi. O ensaio foi parametrizado para que a cada 100 ciclos o mesmo seja pausado para análise visual do corpo de prova;
- vii. Finalizando o total de ciclos definido, 200, 400, 600 ou 800 ciclos, colocou-se um novo corpo de prova iniciando o processo novamente.

**Figura 43:** Imagens evidenciando as etapas de aquecimento e resfriamento do ensaio de fadiga térmica.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 44:** Ilustração do termopar tipo K, colocado no centro da bobina de indução e posicionado no interior do corpo de prova.



Fonte: Próprio Autor

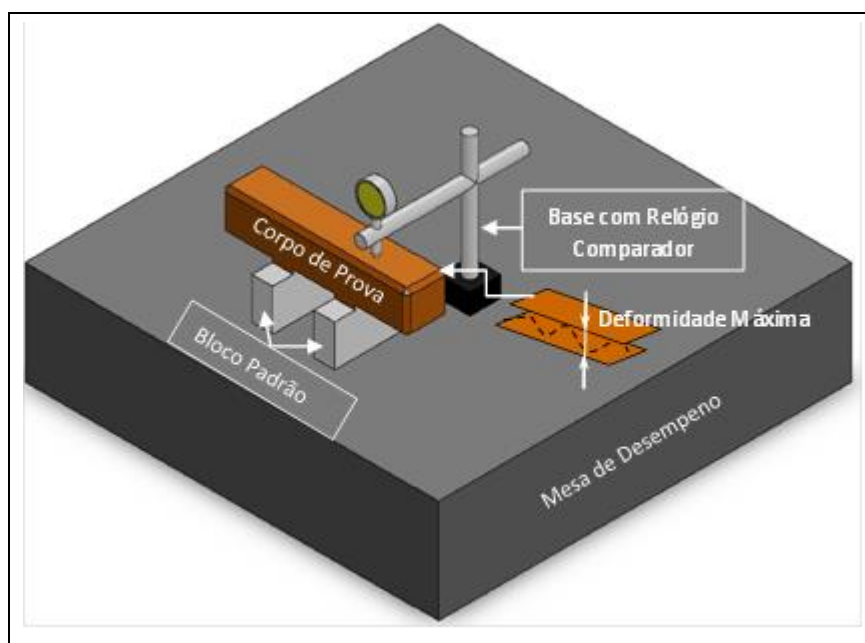
#### **4.4.3.4. Medição da Deformidade Superficial dos Corpos de Prova Após o Ensaio de Fadiga Térmica**

Para a medição da deformidade das faces dos corpos de prova, após o ensaio de fadiga térmica, seguiram-se os seguintes procedimentos:

- a) Sobre uma mesa de desempenho posicionou-se dois blocos padrões iguais;
- b) Apoiaram-se os corpos de prova sobre os blocos padrões, tomando-se o cuidado de não apoiá-los na região das faces deformadas termicamente;
- c) Com um relógio comparador digital milesimal, acoplado a uma base magnética, primeiramente faz o zeramento do relógio na região não afetada termicamente e, em seguida, movimenta-o no sentido longitudinal sobre as faces dos corpos de prova, medindo-se a deformidade máxima de cada face (quatro faces).
- d) Para cada corpo de prova encontrou-se um valor médio da deformidade máxima com o respectivo desvio-padrão.

A figura 45 ilustra a sistemática usada para medição da deformidade máxima nos corpos de prova.

**Figura 45:** Croqui da sistemática usada para medição da deformidade dos corpos de prova após ensaio de fadiga térmica.



Fonte: Próprio Autor

#### 4.5. Ensaios de Caracterização Microestrutural

Após os tratamentos térmicos e termoquímicos, as amostras foram seccionadas transversalmente e preparadas para o ensaio metalográfico. Elas foram embutidas em baquelite, lixadas até a granulação de 1200 micra e polidas com alumina de  $1\mu\text{m}$ .

Para revelar as microestruturas correspondentes usou-se uma solução de Nital 5% (5 mL  $\text{HNO}_3$  + 95 mL Álcool Etílico) e também o reagente Vilella (5 mL HCl + 2 gr Ácido Pícrico + 100 mL Álcool Etílico).

##### 4.5.1. Microscopia Óptica

As metalografias foram analisadas em microscópio óptico (MO) marca / modelo: Carl Zeiss ® / Axio Lab.A1. As imagens metalográficas foram obtidas por uma câmera digital, acoplada ao microscópio, modelo Axio Cam Erc5s com software de processamento de imagem.

#### 4.5.2. Microscopia Eletrônica de Varedura (MEV)

As micrografias analisadas por MEV foram realizadas no corpo de prova NG84+TBS50 (CP60 identificado na figura 47) usando o microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca/modelo: JEOL/JSM-6510LV (figura 46) no SENAI de Itaúna–MG.

**Figura 46:** Microscópio Eletrônico de Varedura (MEV) do SENAI de Itaúna – MG.



Fonte: SENAI Itaúna – MG (2021)

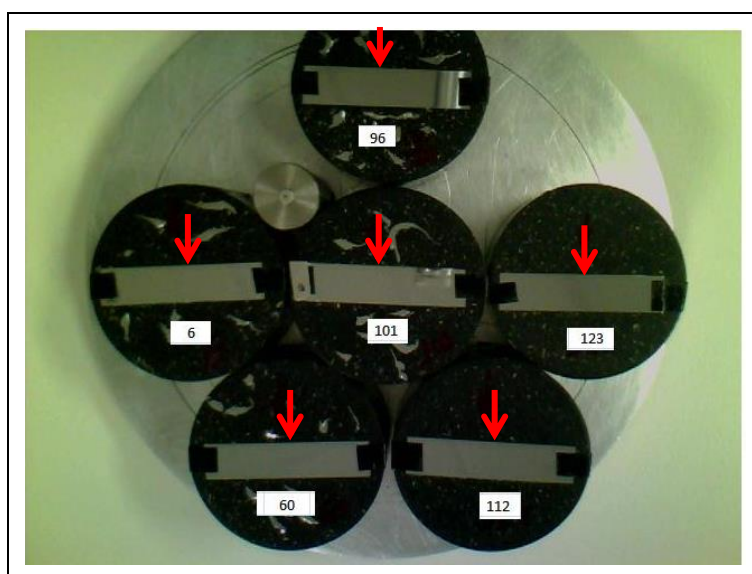
#### 4.5.3. Espectroscopia por Dispersão de Comprimento de Onda (WDS) e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)

As análises por WDS foram realizadas em algumas amostras (figura 47) nitretada a plasma ou a gás e em algumas amostras submetidas ao tratamento de têmpera após a nitretação. Usou-se esta técnica de análise para identificar:

- i. Amostras apenas nitretadas: análise da porcentagem de nitrogênio na camada nitretada;
- ii. Amostras submetidas à têmpera após a nitretação: análise da difusão de nitrogênio e da difusão de carbono da superfície em direção ao núcleo da amostra.

A região do corpo de prova onde foram realizadas as medições da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono está identificada com a seta vermelha na figura 47. Iniciaram-se as medições na superfície e deslocou-se em direção ao centro do corpo de prova com passo de  $30\mu\text{m}$ . Com relação à porcentagem de nitrogênio as medições foram executadas até o ponto em que não encontrou-se mais nitrogênio. Já as medições da porcentagem de carbono foram realizadas até o ponto em que estabilizou a porcentagem de carbono, conforme especificado para o aço AISI H13. Além das medições do carbono e nitrogênio, foram coletadas as porcentagens em massa dos demais elementos químicos presentes no aço AISI H13 por EDS.

**Figura 47:** Posicionamento das amostras, no porta-amostra, para inspeção da porcentagem em massa dos elementos químicos do aço AISI H13 por WDS e EDS.

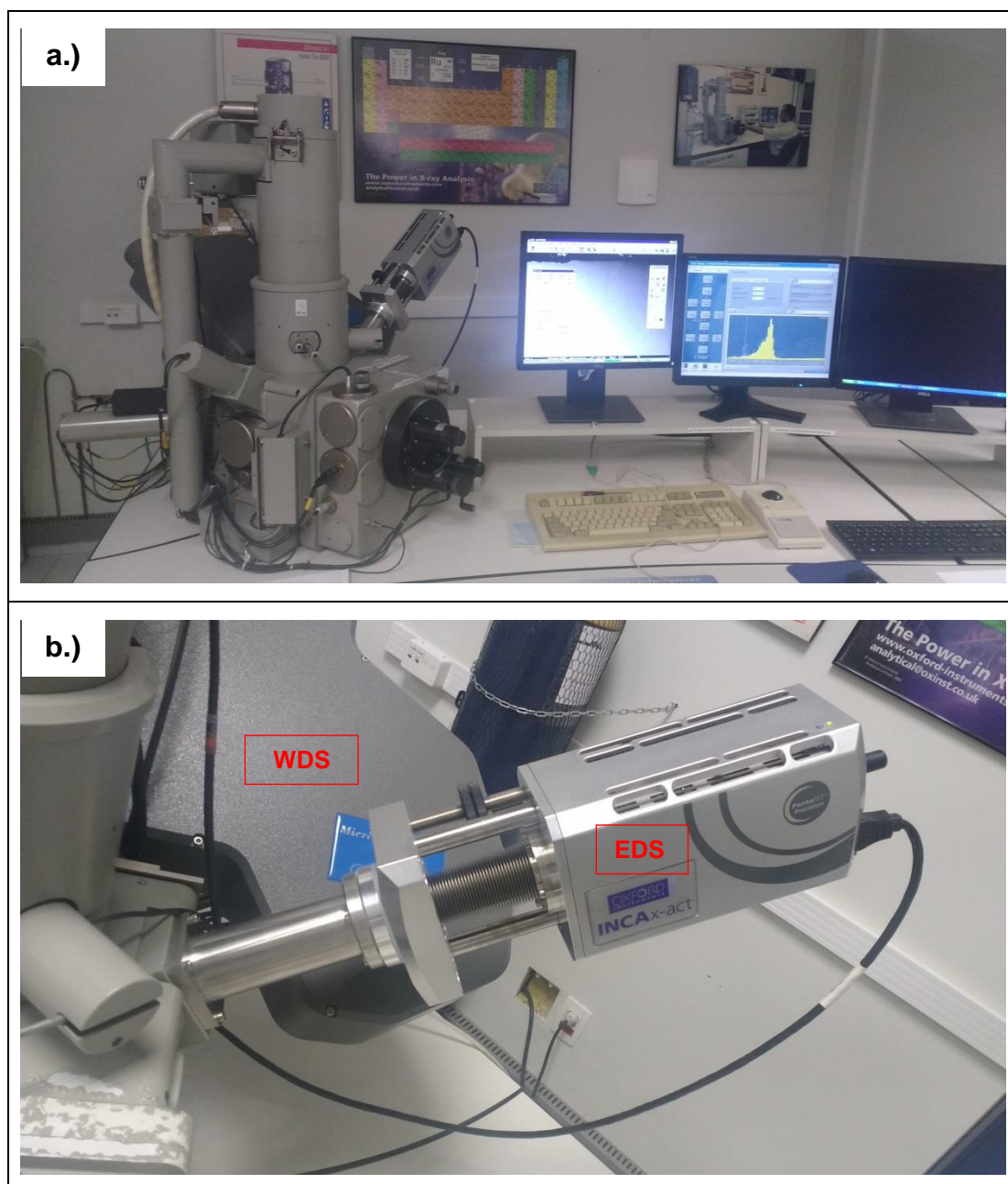


Fonte: Próprio Autor

As inspeções por EDS e WDS foram realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT), vinculado ao Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da USP, *campus* São Paulo.

Para a análise foi usado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), marca/modelo LEO/STEREOSCAN-S440, com sistemas de microanálise por EDS, marca/modelo OXFORD/INCAx-act, por WDS, marca/modelo: OXFORD/MICROSPEC e com software de análises de imagens Leica Qwin Pro, conforme mostra a figura 48.

**Figura 48:** a.) Microscópio Eletrônico de Vareadura (MEV) usado nas análises por WDS. b.) Sistemas para microanálise por EDS, acoplado ao MEV.

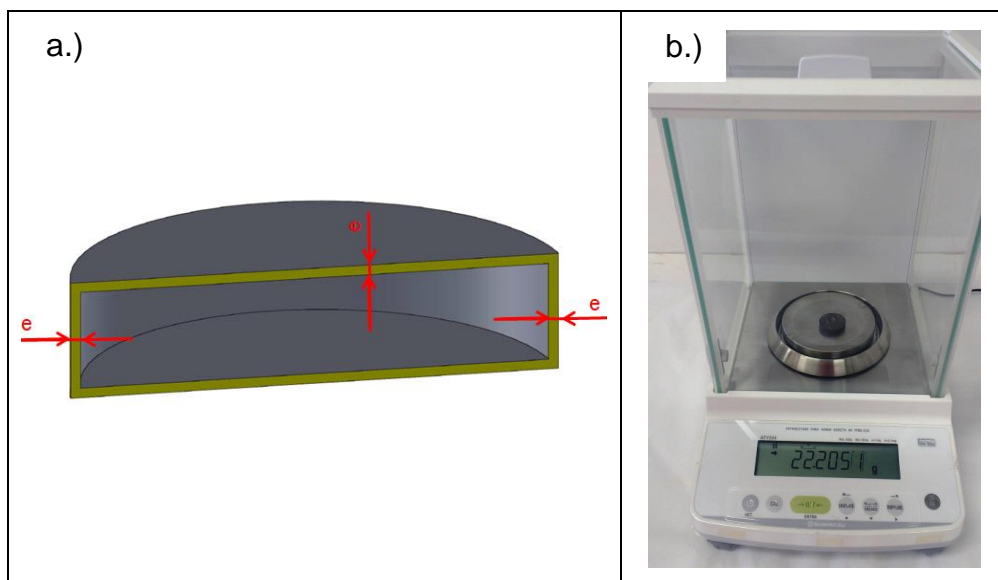


Fonte: Próprio Autor

#### 4.5.4. Pesagem dos Corpos de Prova

A pesagem dos corpos de prova foi realizada em uma balança analítica marca/modelo Shimadzu® / ATX224 com capacidade de 220g x 0,0001g (figura 49.b).

**Figura 49:** a.) Representação da espessura da camada nitretada para o cálculo do ganho de massa do corpo de prova em porcentagem. b.) Balança analítica Shimadzu ATX224, capacidade de 220g x 0,0001g.



Fonte: Próprio Autor

Utilizou-se o seguinte procedimento para pesagem dos corpos de prova:

- i. Colocou-se os corpos de prova em uma cuba ultrassônica com álcool etílico para eliminar as impurezas das superfícies
- ii. Com o auxílio de uma pinça, retirou-se os corpos de prova da cuba ultrassônica secando-os com um secador quente manual.
- iii. Pesagem dos corpos de prova.
- iv. Após a pesagem, os corpos de prova enviados para a nitretação foram embalados em saco plástico transparentes.
- v. Após o recebimento dos corpos de prova nitretados, os mesmos foram pesados seguindo a sequência de (i) a (iii).

Os corpos de prova foram pesados em dois momentos: (1) antes de serem enviados para nitretação ( $m_i$ ) e, (2) no recebimento, após serem submetidos à nitretação ( $m_f$ ). Assim obteve-se o aumento da massa do corpo de prova gerado pela difusão de nitrogênio.



---

A variação da massa ( $\Delta m$ ) foi calculada em:

- a) grama (g), usando a equação  $\Delta m = m_f - m_i$ ; e
- b) porcentagem de ganho de massa (%).

Para o cálculo de  $\Delta m$  em porcentagem de ganho de massa tem-se:

- i. Com a espessura da camada nitretada ( $e$ ), calculou-se o volume ( $V$ ) da camada nitretada, levando em consideração todas as faces do corpo de prova, como mostra a figura 49.a;
- ii. Usando a fórmula de densidade ( $\rho = \frac{\text{massa}}{\text{volume}}$ ) e tendo: (i) densidade do aço ( $\rho$ ) e (ii) volume da camada nitretada ( $V$ ); calculou-se a massa de aço na região da camada nitretada ( $m_{\text{aço}}$ );
- iii. Dividindo  $\Delta m$  por  $m_{\text{aço}}$  encontrou-se a ganho de massa em porcentagem (%).

#### 4.5.5. Difração de Raio X

A análise por difração de raios X foi realizada usando um Difratorômetro de Raios X, marca / modelo: RIGAKU® / RU200B – ROTAFLEX do Laboratório Multiusuário de Cristalografia Estrutural (LaMuCrEs) do Instituto de Física de São Carlos – IFSC / USP. As medições foram realizadas à temperatura ambiente em modo contínuo de varredura, radiação  $\text{CuK}\alpha$  com comprimento de onda  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ , intervalo angular de varredura em  $2\theta$  de  $5^\circ$  a  $100^\circ$  com velocidade de  $1^\circ$  por minuto, passo angular de  $0,02^\circ$  por segundo, ângulo de abertura da janela do feixe incidente de  $1^\circ$ , tensão de 40 kV e corrente de 60 mA.

Usou-se a técnica de difração de raio X para identificação das fases presentes no aço AISI H13 submetidos aos tratamentos térmicos e termoquímicos:

- i. Têmpera e revenido;
- ii. Têmpera, revenido e nitretação;
- iii. Têmpera, revenido, nitretação e têmpera.

Nos corpos de prova submetidos aos tratamentos referentes ao item (iii), realizou-se análise de fases em diferentes profundidades da camada tratada, sendo assim possível observar a composição das fases em direção ao núcleo da amostra.

---

---

Para definir a profundidade a ser analisada por DRX usou-se a análise de microdureza e metalográfica. As amostras foram retificadas até a profundidade definida.

A identificação das fases cristalinas presentes nos corpos de prova foi realizada por meio da comparação com as fichas cristalográficas CIF disponíveis na base de dados do *Inorganic Crystal Structures Database* (ICSD) desenvolvido por FIZ Karlsruhe – Leibniz Institute for Information Infrastructure, na Alemanha.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As análises dos resultados obtidos nos tratamentos térmicos e termoquímicos aplicados aos corpos de prova serão apresentadas e discutidas separadamente neste capítulo. Em seguida serão apresentados os resultados dos ensaios de fadiga térmica. Adotou-se uma nomenclatura para cada tratamento aplicado aos corpos de prova como apresentado na tabela 11.

**Tabela 11:** Nomenclaturas para os tratamentos térmicos e termoquímicos.

<b>Nomenclatura</b>	<b>Tratamentos</b>
<b>TR</b>	Temperado e Triplo Revenimento
<b>NP12</b>	Nitretação a Plasma a 520°C x 12h (80% N <sub>2</sub> + 20% H <sub>2</sub> )
<b>NP24</b>	Nitretação a Plasma a 520°C x 24h (80% N <sub>2</sub> + 20% H <sub>2</sub> )
<b>NP40</b>	Nitretação a Plasma a 520°C x 40h (80% N <sub>2</sub> + 20% H <sub>2</sub> )
<b>NG42</b>	Nitretação a Gás a 540°C x 42h (100% NH <sub>3</sub> )
<b>NG84</b>	Nitretação a Gás a 540°C x 84h (100% NH <sub>3</sub> )
<b>NP12+TV</b>	NP12 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.
<b>NP24+TV</b>	NP24 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.
<b>NP40+TV</b>	NP40 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.
<b>NP12+TBS10</b>	NP12 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 10 min.
<b>NP12+TBS20</b>	NP12 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.
<b>NP12+TBS50</b>	NP12 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.
<b>NP24+TBS10</b>	NP24 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 10 min.
<b>NP24+TBS20</b>	NP24 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.
<b>NP24+TBS50</b>	NP24 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.
<b>NP40+TBS50</b>	NP40 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.
<b>NG42+TV</b>	NG42 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.
<b>NG42+TBS10</b>	NG42 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 10 min.
<b>NG42+TBS20</b>	NG42 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.
<b>NG42+TBS50</b>	NG42 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.
<b>NG84+TV</b>	NG84 + Têmpera a Vácuo a 1030°C x 40 min.
<b>NG84+TBS10</b>	NG84 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 10 min.
<b>NG84+TBS20</b>	NG84 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 20 min.
<b>NG84+TBS50</b>	NG84 + Têmpera em Banho de Sal a 1030°C x 50 min.

Fonte: Próprio Autor

---

### 5.1. Análise Química do Aço AISI H13

A tabela 12 evidencia a composição química do aço AISI H13 usado neste trabalho de pesquisa. Os resultados obtidos estão de acordo com a norma ASTM A681 – 08.

**Tabela 12:** Composição Química do Aço AISI H13 usado neste trabalho

	Elementos										
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	Cu	S	Ni	Fe
Encontrado (% em peso)	0,41	1,06	0,40	5,20	1,36	1,03	0,024	0,07	0,001	0,25	Bal.

Fonte: Próprio Autor

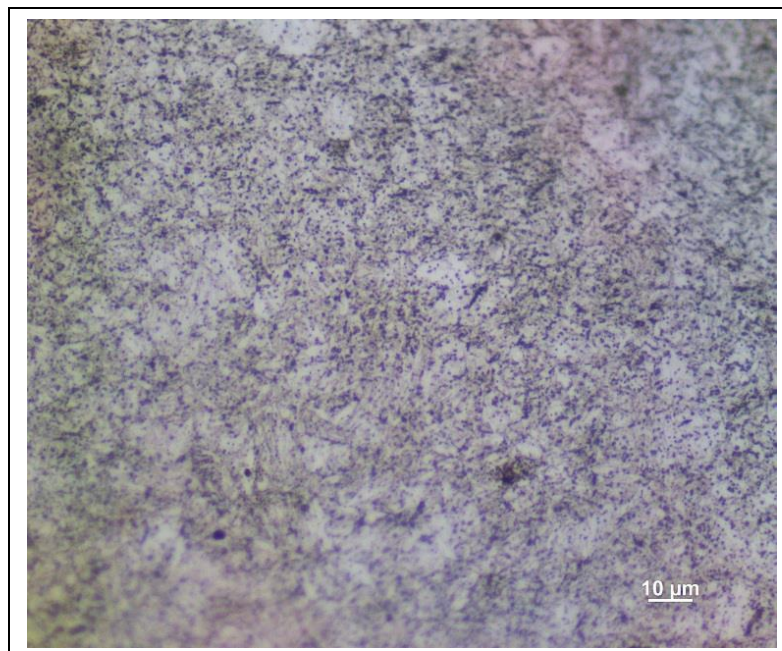
### 5.2. Têmpera e Revenido em Forno a Vácuo

A figura 50 mostra a microestrutura do aço AISI H13 após têmpera e revenido em forno a vácuo. Analisando a microestrutura observa-se que ela é composta por martensita revenida. Para obter uma total dissolução de carbonetos no aço H13 é necessário realizar a têmpera com temperatura de austenitização em 1100°C (VENDRAMIM, [s.d.]; DIEHL, 2017). Neste trabalho foi realizada a têmpera com a temperatura de austenitização de 1030°C.

---

---

**Figura 50:** Microestrutura do aço AISI H13 temperado a 1030°C e triplo revenido à 500°C, 600°C e 600°C; ambos em forno a vácuo. Ataque Nital 5%.



Fonte: Próprio Autor

Os parâmetros de processo usados nos tratamentos de têmpera e revenimento estão definidos nos itens **4.3.1.1** e **4.3.1.2**, respectivamente. Segundo Robert, Krauss e Kennedy (1998) são recomendados múltiplos revenimentos para obter uma tenacidade ideal e também prolongar a vida útil das ferramentas e matrizes fabricadas em aços ferramenta para trabalho a quente.

Como as amostras foram nitretadas após o revenimento, tomou-se o cuidado de realizar o revenimento triplo (500°C, 600°C e 600°C) na temperatura maior que a temperatura de nitretação (540°C). Sendo assim evitou-se um revenimento adicional durante a nitretação mantendo estável a microestrutura do núcleo durante a nitretação. Geralmente é definida a temperatura de revenido de 30 a 50°C maior que a temperatura de nitretação (PYE, 2003; ASM HANDBOOK, 1991). A dureza média das amostras temperadas e revenidas estão evidenciadas na tabela 13.

---

**Tabela 13:** Dureza das amostras temperadas e revenidas em forno a vácuo

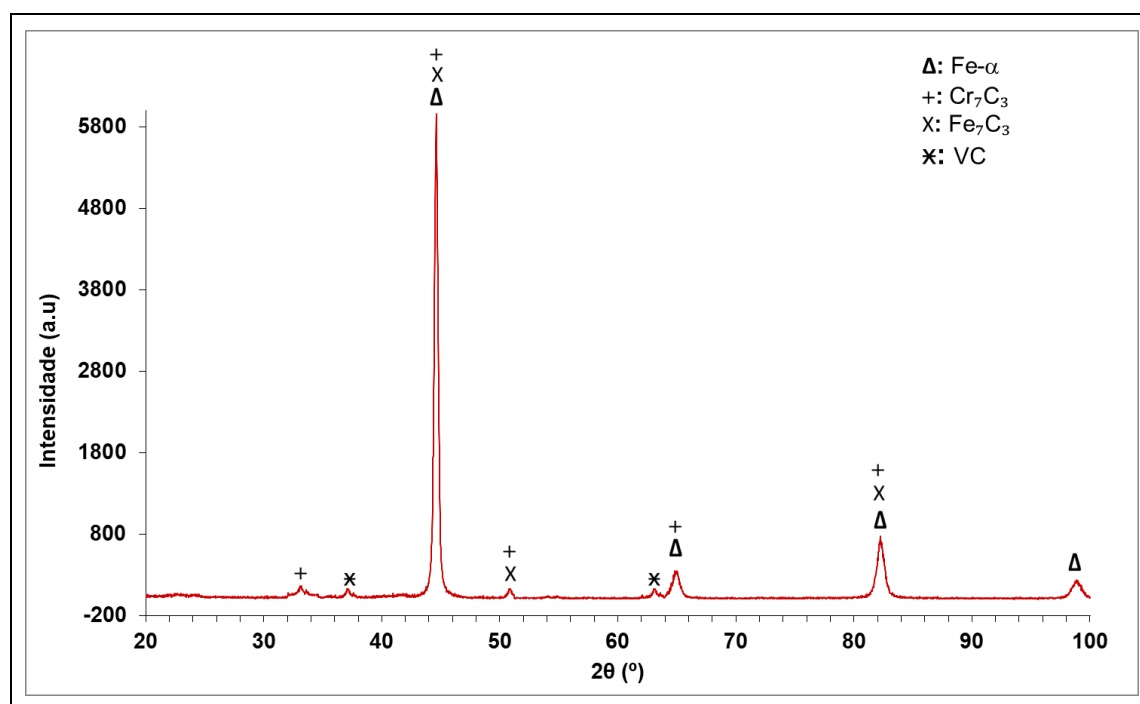
<b>Material</b>	<b>Dureza Média (HRC)</b>	<b>Desvio-padrão (HRC)</b>
Aço AISI H13	48,85	1,41

Fonte: Próprio Autor

### 5.2.1. Análise por Microscopia Ótica e Difração de Raio X

O difratograma de raios X evidenciado na figura 51 corrobora com os picos referentes ao Fe- $\alpha$  (martensita revenida) estando de acordo com a ficha cristalográfica ICSD.180969. Além destes picos, também é evidente os picos referente aos carbonetos Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (ficha catalográfica ICSD.31018), Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (ficha catalográfica ICSD.76799) e VC (ficha catalográfica ICSD.159870), sendo este último o carboneto mais importante do aço utilizado para fabricação de moldes e matrizes, no qual desempenha um papel importante na garantia da estabilidade da microestrutura devido à sua baixa velocidade de crescimento com o aumento da temperatura de revenido (GU et al., 2021).

**Figura 51:** Difratograma de Raio X do aço AISI H13 Temperado e Revenido (TR).



Fonte: Próprio Autor

Wang, Xu e Lu (2020) realizando têmpera (1020°C, 1040°C e 1060° - 30 minutos) e revenimento único, por duas horas, a 570°C, 590°C e 610°C no aço AISI H13, identificaram as fases: martensita revenida, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, VC e Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Neste estudo os autores relatam que o carboneto Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> dissolve completamente na temperatura de revenido acima de 590°C, aumentando a precipitação dos carbonetos Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Os carbonetos M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> podem formar-se a partir de uma transformação “*in situ*” de M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. Segundo a literatura a precipitação dos carbonetos VC e M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (M = Cr ou Fe), ocorre aproximadamente a 550°C (PORTER; EASTERLING; SHERIF, 2009; SPEICH; LESLIE, 1972).

### 5.3. Nitretação

Na definição dos parâmetros para a realização da nitretação, a plasma e a gás, nas amostras de aço AISI H13 temperado e revenido, levou-se em consideração a obtenção de uma espessa camada nitretada.

Experimentos preliminares foram feitos nitretando os corpos de prova do TIPO 01 (figura 32). Com os parâmetros de processos definidos na tabela 05 para

---

nitretação a gás e na tabela 06 para nitretação a plasma, encontrou-se os parâmetros ideais para obter a maior incorporação de nitrogênio no material e, conseqüentemente a formação da camada nitretada mais espessa.

Análise microestrutural, perfil de microdureza, ganho percentual de massa, análise quantitativa da difusão de nitrogênio (CP submetidos ao tratamento NP12 e NG84), análise quantitativa da difusão de carbono (CP submetidos ao tratamento NG84) e análise por DRX (CP submetidos ao tratamento NG84) foram realizadas nos experimentos preliminares para:

- Realização dos tratamentos combinados de têmpera (a vácuo ou em banho de sal) após a nitretação a plasma ou a gás ;
- Estudo da curva de revenido para o aço H13 nitretado e temperado; e
- Ensaio de fadiga térmica;

Os resultados serão discutidos nos itens 5.3.1 e 5.3.2.

### **5.3.1. Nitretação a Plasma**

Iniciou-se os experimentos nitretando os corpos de prova com os parâmetros de processo do tratamento NP12. Analisando as características microestruturais e o gradiente de microdureza na camada nitretada identificou-se que a porcentagem em massa de nitrogênio inserido na superfície da peça durante este tratamento (NP12) não foi suficiente para gerar uma redistribuição adicional de nitrogênio, em direção ao núcleo da peça, após o tratamento de têmpera a vácuo e têmpera em banho de sal. Assim realizou-se novos experimentos, nitretando os corpos de provas com os parâmetros de processo dos tratamentos NP24 e NP40. As análises dos resultados referentes a estes três tratamentos de superfície estão relatados nos itens 5.3.1.1 e 5.3.1.2.

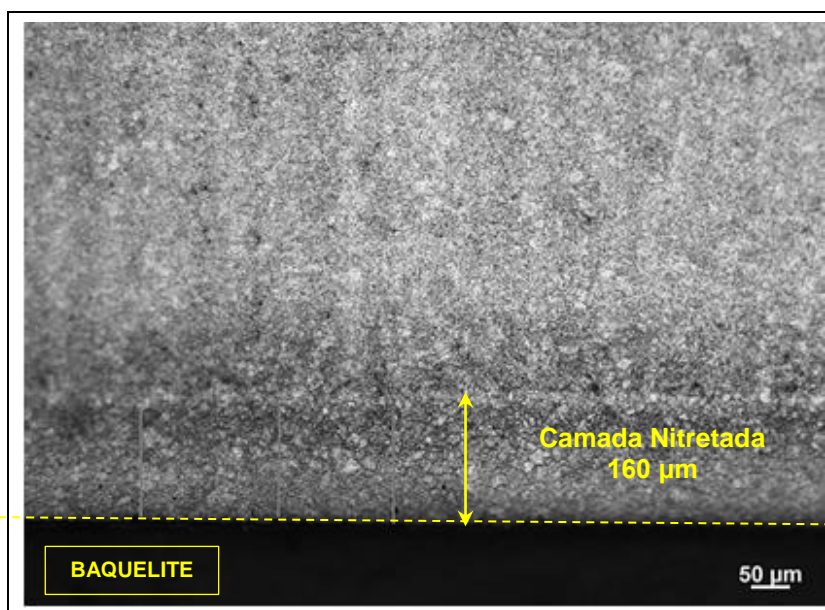
#### **5.3.1.1. Análise da Microestrutura**

As figuras 52 e 53 apresentam as microestruturas do aço AISI H13 nitretado a plasma pelos processos NP12 e NP40, respectivamente. As micrografias revelam ausência da camada de composto na camada nitretada.

---

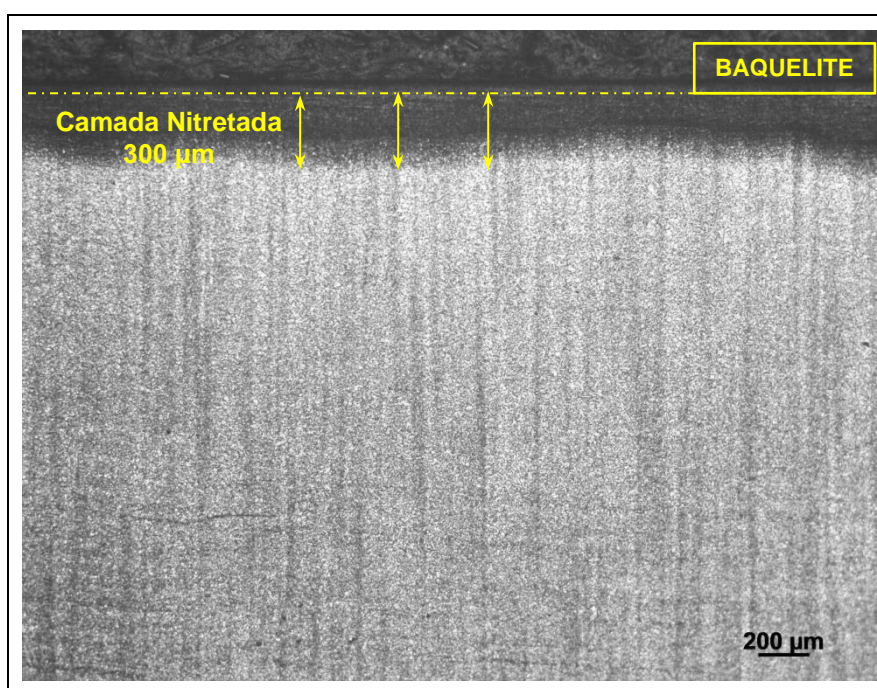


**Figura 52:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 53:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP40. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

---

Quanto à profundidade da camada nitretada, verificou-se a influência do tempo de nitretação, quanto maior o tempo maior a profundidade. Isto também foi comprovado por meio das medições de microdureza analisados a seguir.

### 5.3.1.2. Análise da Microdureza

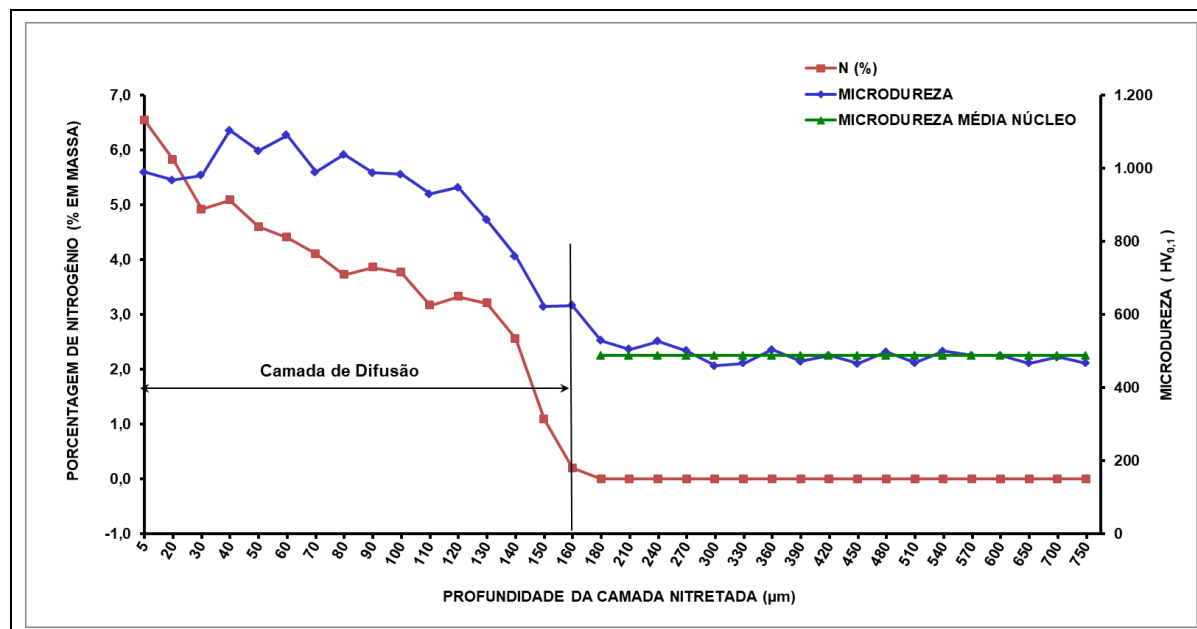
Os gráficos 01, 02 e 03 apresentam os valores de microdureza, da superfície em direção ao núcleo, das amostras nitretadas pelos processos NP12, NP24 e NP40, respectivamente.

No gráfico 01 (NP12), além da microdureza é mostrada também a distribuição da concentração de nitrogênio em massa na camada de difusão. A medição da porcentagem em massa de nitrogênio foi realizada por WDS. Analisando as curvas (microdureza e %N) verifica-se uma correlação entre elas. Destaca-se que a 5  $\mu\text{m}$  da superfície tem-se 6,55% de nitrogênio com microdureza de 990  $\text{HV}_{0,1}$ . Conforme desloca-se em direção ao núcleo da amostra a porcentagem de nitrogênio diminui, sendo que em 120  $\mu\text{m}$  tem-se 3,33% de nitrogênio. Nesta faixa de profundidade da camada nitretada, a microdureza permaneceu aproximadamente constante, gerando uma média de 1016,0  $\text{HV}_{0,1}$  com desvio-padrão de 54,8  $\text{HV}_{0,1}$ . Após a profundidade de 120  $\mu\text{m}$  teve-se uma queda acentuada na microdureza e na porcentagem de nitrogênio, chegando a 160  $\mu\text{m}$  com 0,2% de nitrogênio e microdureza de 579HV.

Este gradiente de microdureza na camada de difusão resulta da difusão de nitrogênio em solução sólida pelos interstícios da matriz ferrosa e pela precipitação de nitretos com os elementos de liga do aço AISI H13 que são fortes formadores de nitreto, sendo o ferro e o cromo os maiores formadores de nitretos para este aço. Pode-se dizer que após o tratamento NP12 a porcentagem média de nitrogênio (em massa) inserido nos corpos de prova foi de aproximadamente 3,78%. Após o final da camada nitretada tem-se a região do núcleo da amostra com a microdureza média de 487,7  $\text{HV}_{0,1}$  e desvio-padrão de 20,9  $\text{HV}_{0,1}$ .

---

**Gráfico 01:** Perfil da microdureza e da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelo processo NP12.



Fonte: Próprio Autor

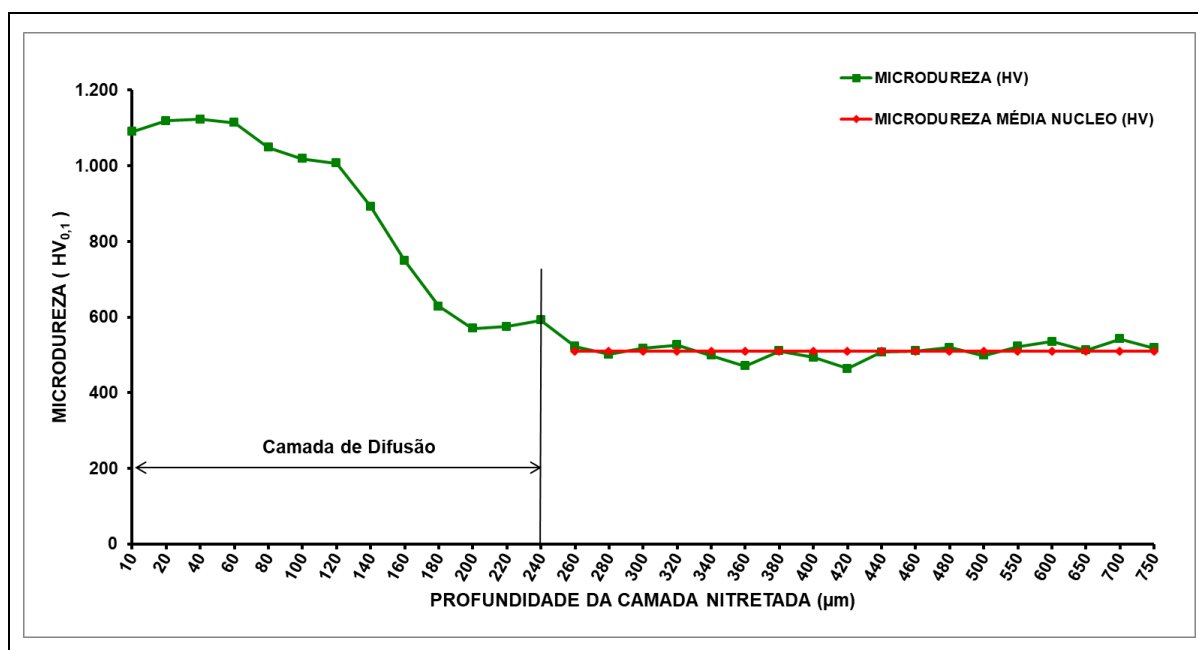
Segundo Zagonel et al. (2006) nitretando a plasma o aço AISI H13 em temperaturas intermediárias, abaixo de 420°C, o nitrogênio promove a precipitação de nitreto metálico nos limites dos grãos, aumentando moderadamente a dureza do aço. Já, nitretando em temperaturas de processo relativamente mais altas (490 a 520°C), o nitrogênio se difunde nos grãos, assim os nitretos metálicos são formados dentro dos grãos, aumentando consideravelmente a dureza da camada de difusão. Neste estudo Zagonel et al. (2006) relata uma correlação linear da variação da microdureza com a variação da concentração de nitrogênio na camada de difusão. Esta linearidade entre as duas grandezas também foi investigada por Jacobsen et al. (2015) e Zagonel et al. (2012).

Os gráficos 02 e 03 mostram que, variando apenas o tempo no processo de nitretação a plasma tem-se um aumento na profundidade da camada nitretada (camada de difusão).

No processo de nitretação NP24 (gráfico 02), o gradiente de microdureza na camada de difusão, até 120 µm, permanece praticamente constante, com média de 1074,3 HV<sub>0,1</sub> e desvio-padrão de 49,1 HV<sub>0,1</sub>. Após este ponto tem-se uma queda

acentuada na microdureza até 200  $\mu\text{m}$  chegando a 570  $\text{HV}_{0,1}$ , permanecendo constante até o final da camada nitretada a 240  $\mu\text{m}$  com dureza média de 579,0  $\text{HV}_{0,1}$  e desvio-padrão de 11,5  $\text{HV}_{0,1}$ . A região do núcleo da amostra apresenta microdureza média de 509,2  $\text{HV}_{0,1}$  e desvio-padrão de 19,8  $\text{HV}_{0,1}$ .

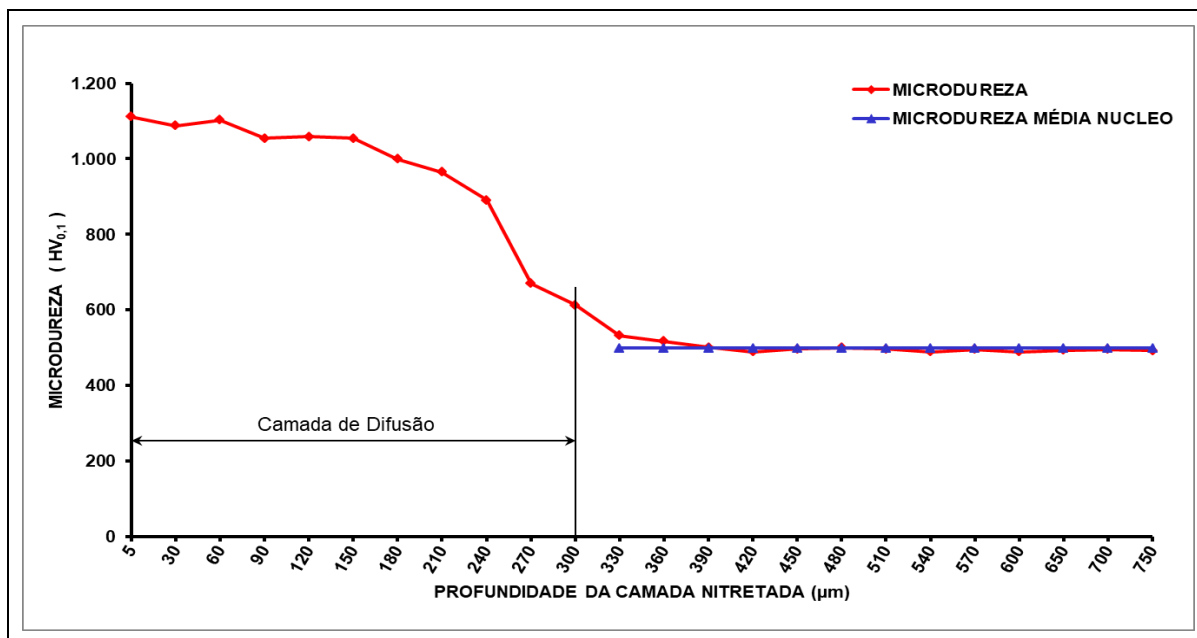
**Gráfico 02:** Perfil da microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelo processo NP24.



Fonte: Próprio Autor

Para o processo de nitretação NP40 (gráfico 03) o gradiente de microdureza, na camada de difusão, até 180  $\mu\text{m}$  apresenta uma média de microdureza de 1066,6  $\text{HV}_{0,1}$  com desvio-padrão de 38,0  $\text{HV}_{0,1}$ . Após este ponto tem-se uma queda acentuada na microdureza até 300  $\mu\text{m}$  chegando ao final da camada de difusão com 613  $\text{HV}_{0,1}$ . A região do núcleo da amostra apresenta microdureza média de 499,0  $\text{HV}_{0,1}$  e desvio-padrão de 12,4  $\text{HV}_{0,1}$ .

**Gráfico 03:** Perfil da microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelo processo NP40.

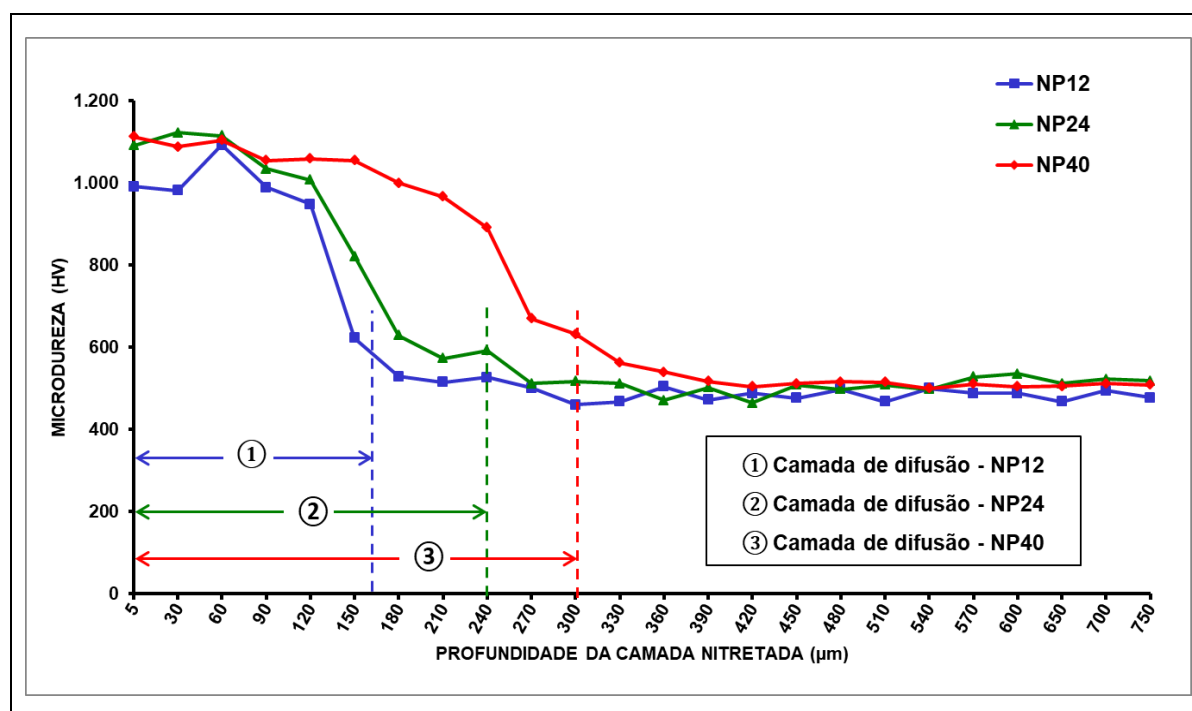


Fonte: Próprio Autor

Percebe-se que, após nitretação, a microdureza média na região do núcleo das amostras não foi afetada, permanecendo próximo ao valor de dureza inspecionados nos corpos de prova, temperados e revenidos, apresentados na tabela 13.

O gráfico 04 mostra, com maior clareza, a influência do tempo de nitretação na profundidade da camada nitretada, mantendo-se a temperatura constante, tendo-se as curvas do gradiente de microdureza em função da profundidade da camada nitretada das amostras nitretadas pelos processos NP12, NP24 e NP40.

**Gráfico 04:** Comparação do gradiente de microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13 nitretado pelos processos NP12, NP24 e NP40.



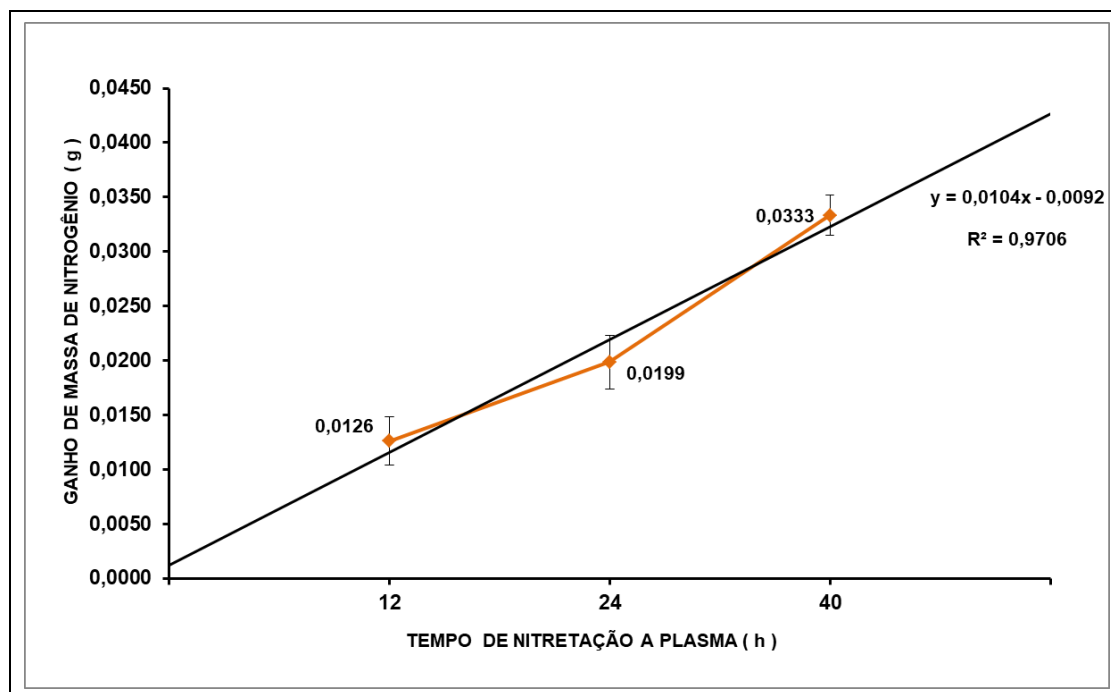
Fonte: Próprio Autor

### 5.3.1.3. Aumento da Massa dos Corpos de Prova Após Nitretação a Plasma

O gráfico 05 apresenta o ganho de massa dos corpos de prova submetidos ao tratamento de nitretação NP12 (12h), NP24 (24h) e NP40 (40h). Usou-se uma balança analítica de precisão com quatro casas decimais, conforme relatado no item 4.5.4. Observa-se que, quanto maior o tempo de nitretação, maior o ganho de massa da amostra, corroborando o esperado.

Este aumento na massa nos corpos de prova nitretados a plasma é decorrente da absorção de nitrogênio atômico que precipitam com o ferro e demais elementos de liga presentes no aço AISI H13, formando nitretos e também, pela difusão de uma pequena porcentagem de nitrogênio em estado sólido.

**Gráfico 05:** Ganho de massa de nitrogênio em função do tempo de nitretação nos corpos de prova de aço H13 submetidos aos tratamentos NP12, NP24 e NP40.



Fonte: Próprio Autor

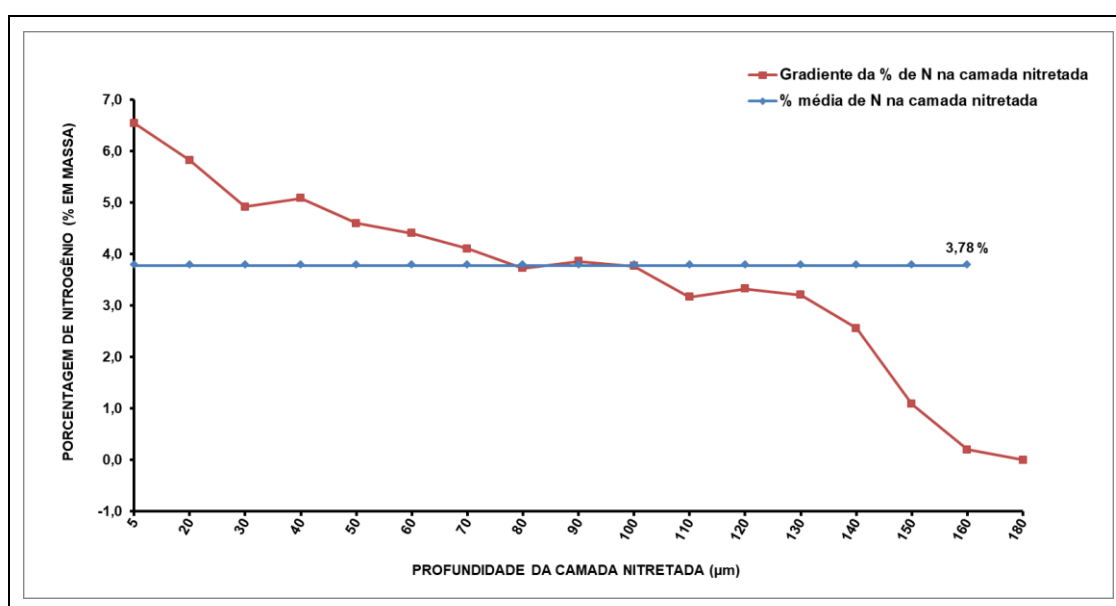
A tabela 14 mostra o aumento da massa, em gramas e em porcentagem, nos corpos de prova NP12, NP24 e NP40. A quantificação do ganho de massa pelos corpos de prova NP12 foram analisadas por WDS e por pesagem em uma balança analítica de precisão. Neste caso não foi possível obter uma correlação entre os resultados, encontrou-se 3,78% analisado por WDS (gráfico 06) e 0,94% analisado por pesagem. Um dos motivos por esta grande discrepância nos resultados entre os valores calculado por pesagem e o analisado por WDS ocorreu porque, o tratamento por nitretação a plasma gera uma perda de massa por pulverização catódica, removendo átomos superficiais, com o bombardeamento de íons sobre a superfície da amostra (REIS; BORGES; PANDOLFO, 2013).

**Tabela 14:** Relação entre o ganho de massa em gramas e ganha de massa em porcentagem gerada pela absorção de nitrogênio nos corpos de prova nitretados a plasma.

Tratamento	Ganho de massa (g)	Ganho de Massa (%)
NP12	0,0126	0,9401
NP24	0,0199	0,9931
NP40	0,0333	1,3412

Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 06:** Gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) e da porcentagem média de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada do aço H13 NP12.



Fonte: próprio Autor

### 5.3.2. Nitretação a Gás

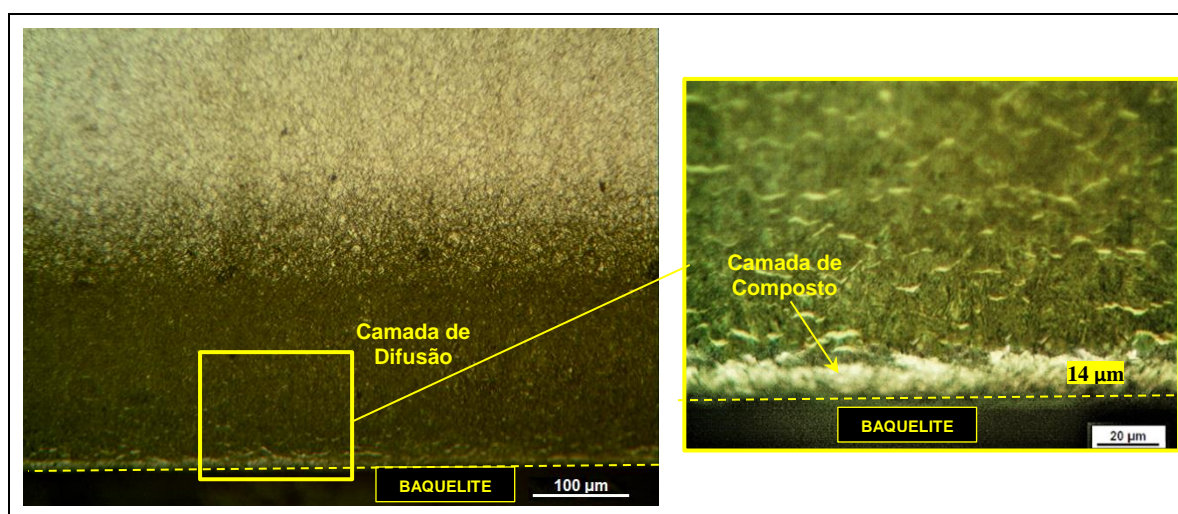
A empresa Delphi disponibilizou a realização da nitretação a gás com dois tempos de processo, 42 e 84 horas mantendo a temperatura em 540°C. Com o objetivo de adquirir a maior difusão possível de nitrogênio na microestrutura do aço em estudo e conseqüentemente obter uma espessa camada nitretada, realizou-se os estudos preliminares com os dois tempos de processo.



### 5.3.2.1. Análise da Microestrutura

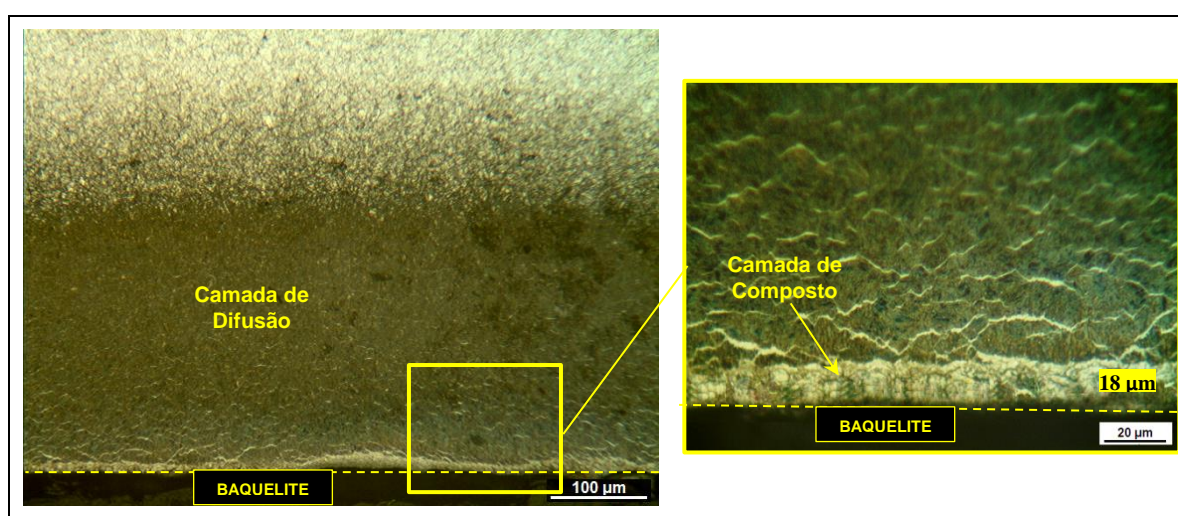
As figuras 54 e 55 apresentam a microestrutura do aço AISI H13 nitretados a gás pelos processos NG42 e NG84, respectivamente, evidenciando as camadas nitretadas formada pela camada de composto e camada de difusão.

**Figura 54:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NG42. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 55:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NG84. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

---

A tabela 15 mostra as profundidades destas camadas obtidas após os tratamentos de nitretação a gás (NG42 e NG84).

**Tabela 15:** Profundidade da camada nitretada dos CP's submetidos aos tratamentos NG42 e NG84

Tratamento	Profundidade das Camadas		
	Camada de Composto	Camada de Difusão	Camada Total Nitretada
NG42	14 $\mu\text{m}$	266 $\mu\text{m}$	280 $\mu\text{m}$
NG84	18 $\mu\text{m}$	402 $\mu\text{m}$	420 $\mu\text{m}$

Fonte: Próprio Autor

O aumento no tempo de processo no tratamento de nitretação a gás proporcionou o aumento na profundidade de ambas as camadas, em que as camadas de composto e de difusão, obtidas pelo tratamento de superfície NG84, ficaram 28,5% e 51%, respectivamente maiores, comparando-as com as camadas geradas pelo tratamento de superfície NG42.

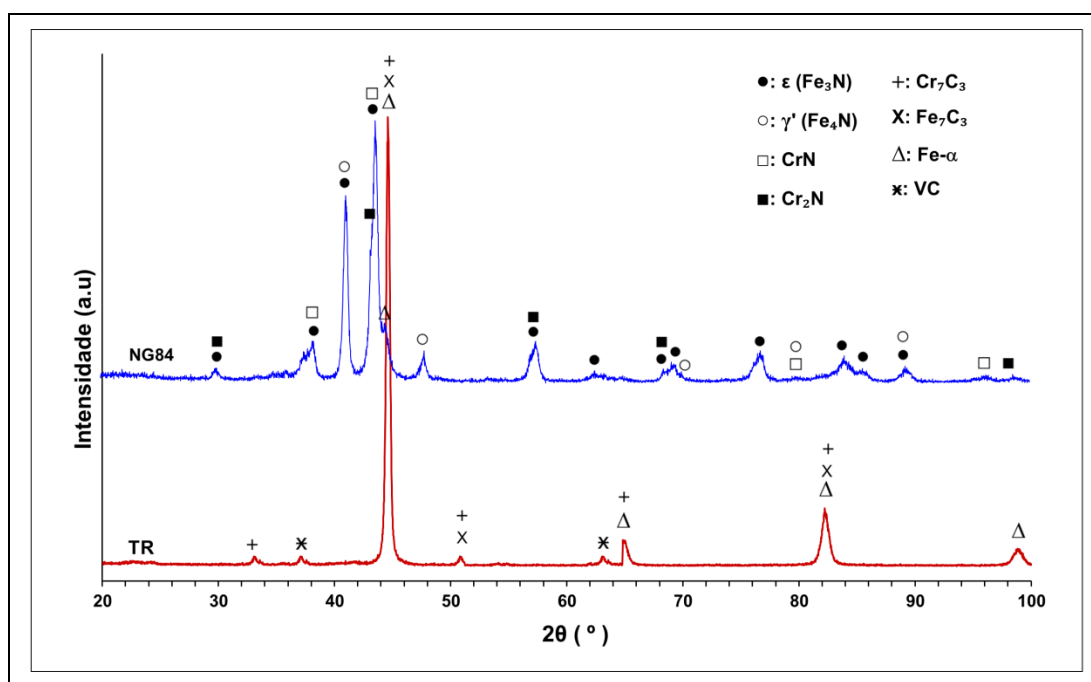
Como os tratamentos NG42 e NG84 foram executados com os mesmos parâmetros de processo, alterando apenas o tempo de nitretação, optou-se por realizar uma análise mais detalhada, das fases formadas na microestrutura da camada de composto, nas amostras submetidas ao tratamento NG84. Estas análises estão relatadas no item **5.3.2.2**. Além disso, no item **5.3.2.3**, tem-se as análises do gradiente de microdureza para as amostras submetidas aos tratamentos NG42 e NG84 e as análises do gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono, ao longo da camada nitretada (camada de composto + camada de difusão), para as amostras submetidas ao tratamento NG84.

### **5.3.2.2. Difração de Raio X**

A figura 56 apresenta os difratogramas do aço AISI H13 temperado e revenido (sendo este tratamento usado como referência) e nitretado pelo processo NG84.

---

**Figura 56:** Difratoograma de Raio X do aço AISI H13 submetidos aos tratamentos TR e NG84.



Fonte: Próprio Autor

Analisando os dados dos difratogramas da figura 56, observa-se que, após o tratamento de nitretação NG84 nos corpos de prova temperados e revenidos a vácuo, desapareceu a fase dos carbonetos  $M_7C_3$  e quanto à fase da martensita revenida, tem-se apenas um pico, com baixa intensidade, no ângulo  $2\theta$  igual a  $43,714^\circ$ . Com a adição de nitrogênio, identificou-se novas fases na estrutura cristalina. Estas novas fases consistiram predominantemente por nitretos de ferro, tais como, nitreto  $\epsilon$ - $Fe_3N$  em maior quantidade e nitreto  $\gamma'$ - $Fe_4N$ , conforme os padrões das fichas cristalográficas ICSD.79983 e ICSD.79980 respectivamente. Além dos nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$  identifica-se, em pequenas frações, as fases referentes aos nitretos CrN (ICSD.41827) e  $Cr_2N$  (ICSD.67400).

A presença acentuada do nitreto  $\epsilon$ - $Fe_3N$  e também, em menor intensidade, o nitreto  $\gamma'$ - $Fe_4N$ , corrobora com a detecção da camada de composto nas amostras nitretadas pelo processo NG84 apresentado na figura 55 e notabilizado no gráfico 08 pela distribuição da microdureza e da porcentagem em massa de nitrogênio ao longo da camada nitretada. A presença da fase  $\gamma'$ - $Fe_4N$  na composição da camada de composto, pode ter ocorrido em virtude do longo tempo da nitretação a gás (84

horas). O enriquecimento de nitrogênio durante a nitretação leva à transformação do nitreto  $\varepsilon$ -Fe<sub>3</sub>N em nitreto  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N (AKHTAR; ARIF; YILBAS, 2012).

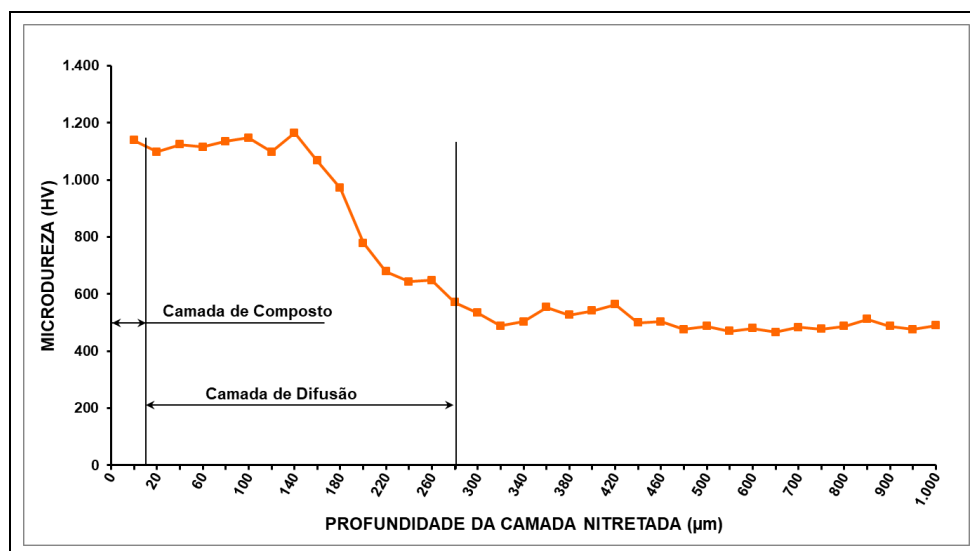
Como a camada de composto é muito fina, é provável que os nitretos CrN e Cr<sub>2</sub>N tenham sido detectadas na região de transição entre a camada de composto e a camada de difusão. O cromo, como é o principal elemento de liga do aço AISI H13, possui uma forte interação com o nitrogênio durante o processo de nitretação (AKHTAR; ARIF; YILBAS, 2012).

### 5.3.2.3. Análise da Microdureza

Os gráficos 07 e 08, apresentam a distribuição da microdureza em função da profundidade da camada nitretada, da superfície em direção ao núcleo, das amostras nitretadas pelos processos NG42 e NG84 respectivamente. Além disso, o gráfico 08 evidencia a distribuição da porcentagem em massa de nitrogênio ao longo da camada nitretada.

Analisando a curva plotada no gráfico 07, referente ao tratamento NG42, pode-se ver que a distribuição de microdureza até 180  $\mu$ m apresenta-se praticamente constante, com média de 1106,2 HV<sub>0,1</sub> e desvio-padrão de 54,8 HV<sub>0,1</sub>. A partir desta profundidade, tem-se uma queda acentuada, até a profundidade de 280  $\mu$ m, referente ao final da camada de difusão, com microdureza de 571 HV<sub>0,1</sub>.

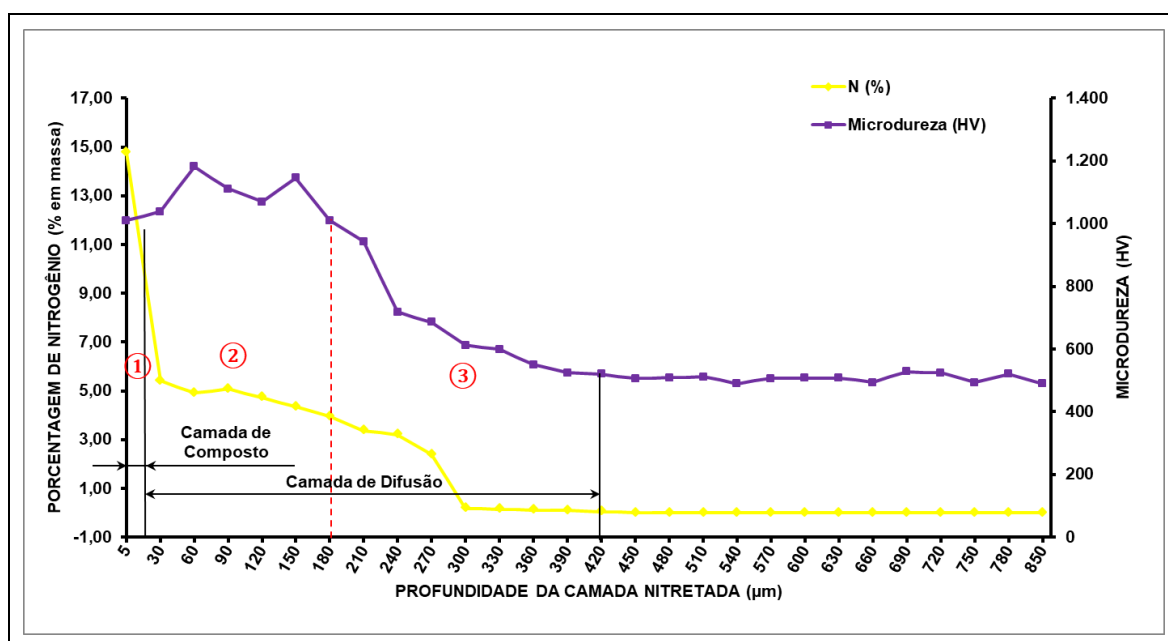
**Gráfico 07:** Perfil da microdureza em função da profundidade da camada do aço AISI H13 submetido ao tratamento NG42.



Fonte: Próprio Autor

Visualmente identifica-se uma correlação entre as curvas de microdureza e da distribuição da concentração de nitrogênio, ao longo da camada nitretada (gráfico 08). Isto corrobora com a camada nitretada formada pela camada de composto mais camada de difusão analisada na figura 55.

**Gráfico 08:** Perfil da microdureza e da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) em função da profundidade da camada do aço AISI H13 submetido ao tratamento NG84.



Fonte: Próprio Autor

Identifica-se três regiões distintas nas curvas apresentadas no gráfico 08 correlacionadas entre o gradiente da porcentagem de nitrogênio e o da microdureza. O mesmo foi identificado por Jacobsen et al. (2015).

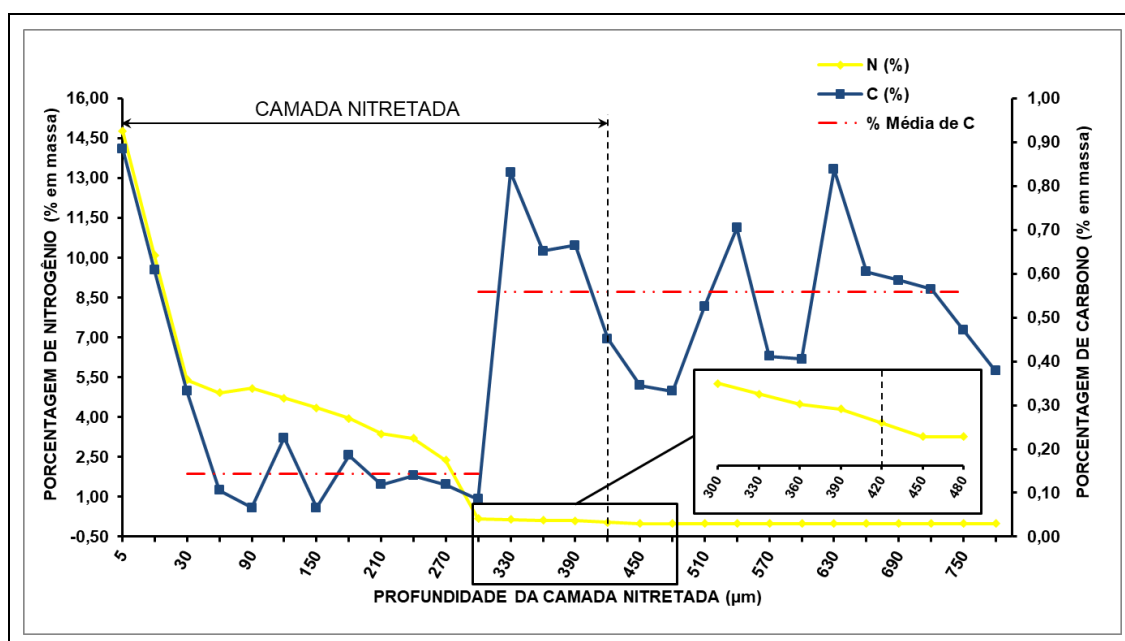
- Região ①, da superfície até aproximadamente 30 µm, que envolve a camada de composto, destaca-se uma queda acentuada na porcentagem de nitrogênio, de 14,76% para 5,41%. Nesta região a microdureza permanece constante, com média de 1024,5 HV<sub>0,1</sub> e desvio-padrão de 20,5 HV<sub>0,1</sub>.
- Região ②, de 30 µm a 180 µm, nesta faixa do gráfico a distribuição de microdureza permanece aproximadamente constante, com a média de 1103,8 HV<sub>0,1</sub> com desvio-padrão de 66,9 HV<sub>0,1</sub>. Já o gradiente de

concentração de nitrogênio tem-se um pequeno declínio, de 5,41% para 3,95%.

- Região ③, de 180  $\mu\text{m}$  a 420  $\mu\text{m}$ , nesta faixa do gráfico as duas grandezas de medidas apresentam uma queda acentuada, apresentando uma correlação entre elas. A microdureza decresce de 1010  $\text{HV}_{0,1}$  para 521  $\text{HV}_{0,1}$  e a porcentagem de nitrogênio decresce de 3,95% para 0,05%, sendo que há uma grande queda na porcentagem de nitrogênio, 2,38% para 0,19% entre 270  $\mu\text{m}$  e 300  $\mu\text{m}$ . As regiões ② e ③ formam a camada de difusão.

Uma característica importante que ocorre no tratamento termoquímico de nitretação, e pouco relatado na literatura, principalmente em estudos envolvendo aço ferramenta para trabalho a quente, é a movimentação dos átomos de nitrogênio e dos átomos de carbono pelos interstícios da matriz ferrítica durante o processo de nitretação. O gráfico 09 mostra a distribuição da porcentagem, em massa, de nitrogênio e de carbono ao longo da camada nitretada e também, na região contendo o material base (temperado e revenido).

**Gráfico 09:** Perfil da porcentagem em massa de carbono e da porcentagem em massa de nitrogênio (ambos obtidos por WDS) em função da profundidade da camada do aço H13 nitretado pelo processo NG84.



Fonte: Próprio Autor

---

A porcentagem em massa de carbono no aço AISI H13 usado nesta pesquisa é da ordem de 0,41% (tabela 12). Analisando o gradiente da porcentagem de carbono no gráfico 09 tem-se, na região dentro da camada nitretada, da profundidade de 30 até 300  $\mu\text{m}$ , a média da %C é de 0,159% com desvio-padrão de 0,092% (linha vermelha no gráfico 09). Em seguida, na profundidade de 330  $\mu\text{m}$ , ocorre um pico na %C com 0,831%, aumentando consideravelmente a %C até a profundidade de 750  $\mu\text{m}$ . A média da %C nesta faixa de profundidade (330  $\mu\text{m}$  a 750  $\mu\text{m}$ , representado pela linha vermelha no gráfico 09) é de 0,559% com desvio-padrão de 0,160%. No processo de nitretação a gás não há adição de carbono, sendo que o gás presente na atmosfera nitretante é o  $\text{NH}_3$ . Assim o carbono acumulado, após a região rica em nitrogênio, é inerente da liga martensítica que foi empurrado pelo nitrogênio durante o processo de nitretação. Os raios atômicos do nitrogênio e do carbono são 0,72Å e 0,77Å respectivamente, bem menores quando comparados com o raio atômico do ferro, que é de 1,28Å. Assim o nitrogênio e o carbono disputam espaço na rede cristalina como solutos intersticiais. Esta movimentação dos átomos de carbono à frente dos átomos de nitrogênio também foram evidenciados por Jacobsen et al. (2015) ao nitretar o aço AISI H13, Cheng et al. (2005) ao nitretar o aço AISI 316 e Jegou et al. (2011) ao nitretar a liga Fe-3%Cr-0,35%C.

No gráfico 10 pode-se ver a sobreposição das curvas referentes aos tratamentos NP12, NP24, NP40, NG42 e NG84 melhorando assim, a visualização da influência do tipo de processo de nitretação e da variação do tempo de nitretação na formação da camada de difusão. Além disso, é possível identificar a variação da microdureza no material base (temperado e revenido) até a profundidade 1000  $\mu\text{m}$ . Os valores da microdureza média com os respectivos desvios padrão podem ser vistos na tabela 16. Pode-se dizer que, após o tratamento de nitretação a plasma e a gás, com tempos diferentes, não há alteração da microdureza na região do núcleo (temperado e revenido) das amostras, como era esperado.

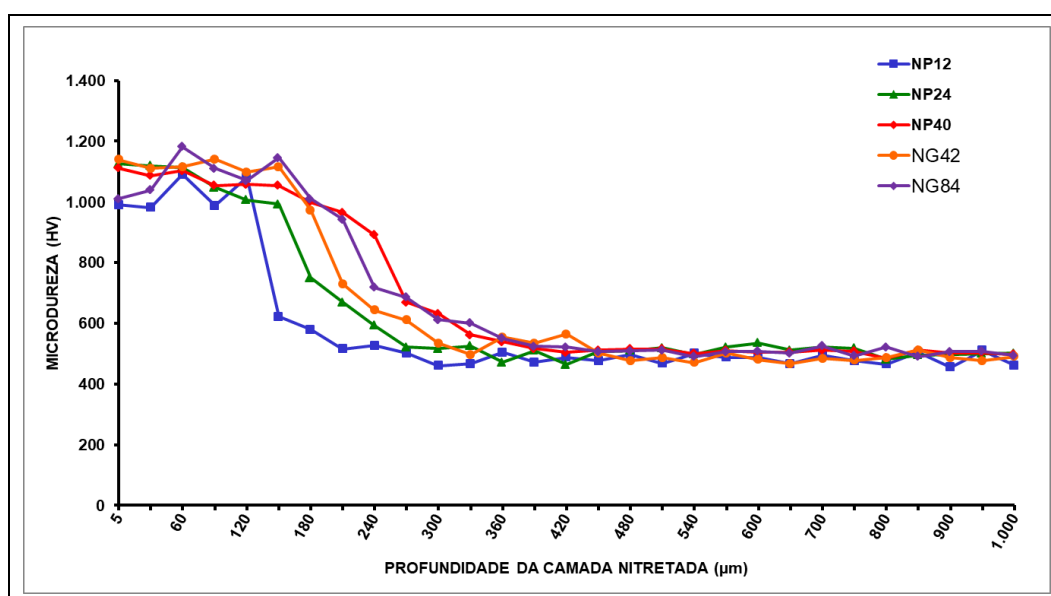
---

**Tabela 16:** Profundidade da camada nitretada e microdureza na região abaixo da camada de difusão no aço AISI H13 nitretado pelos processos NP12, NP24, NP40, NG42 e NG84.

Processo de Nitretação	Profundidade da camada Nitretada ( $\mu\text{m}$ )	Microdureza na região do material base (abaixo da camada de difusão)	
		Microdureza Média ( $\text{HV}_{0,1}$ )	Desvio-padrão ( $\text{HV}_{0,1}$ )
NP12	160	485,7	20,1
NP24	240	506,5	18,3
NP40	300	508,4	11,2
NG42	280	498,9	28,3
NG84	420	505,1	10,8

Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 10:** Comparação dos perfis da microdureza em função da profundidade da camada nitretada no aço H13: NP12, NP24, NP40, NG42 e NG84.



Fonte: Próprio Autor

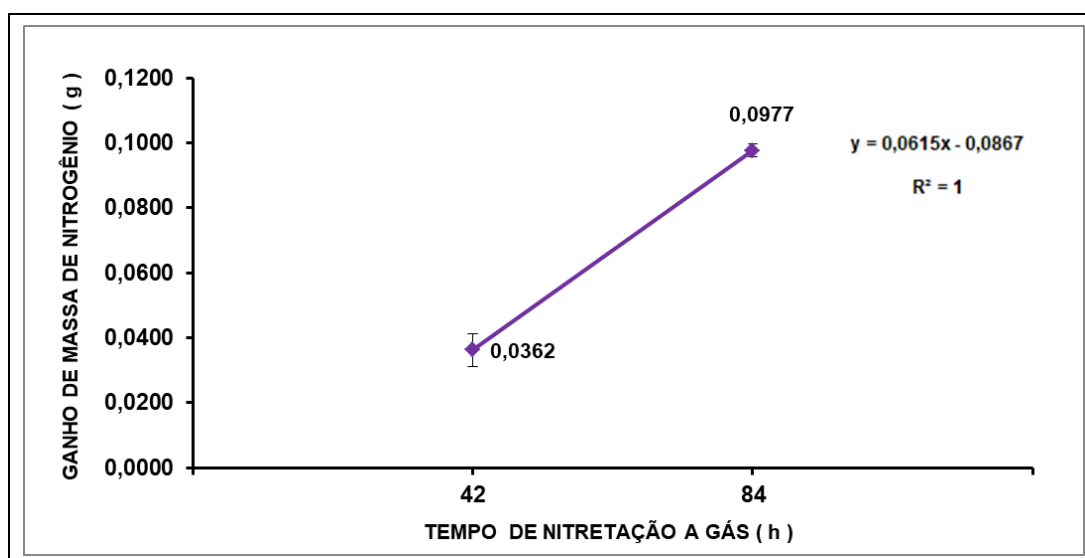
#### 5.3.2.4. Aumento da Massa dos Corpos de Prova Após Nitretação a Gás

O gráfico 11 apresenta o ganho de massa dos corpos de prova submetidos ao tratamento de nitretação NG42 (42h) e NG84 (84h). o Método usado para



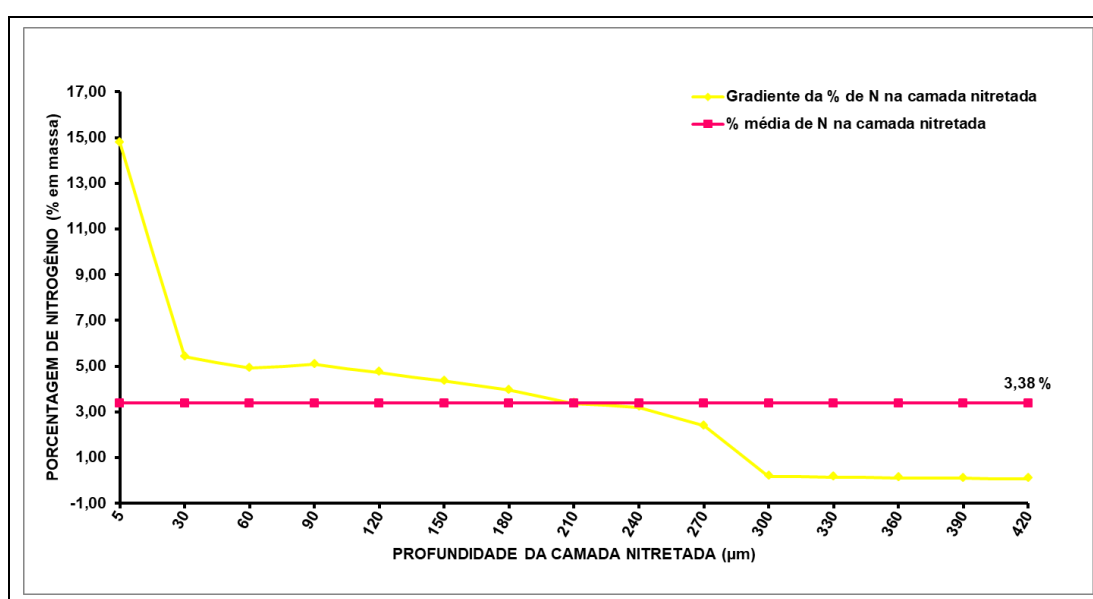
pesagem dos corpos de prova foi relatado no item 4.5.4. Observa-se que, quanto maior o tempo de nitretação, maior o aumento de massa nos corpos de prova, dada a maior difusão do nitrogênio no aço AISI H13.

**Gráfico 11:** Ganho de massa de nitrogênio em função do tempo de nitretação nos corpos de prova de aço H13 submetidos aos tratamentos NG42 e NG84.



Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 12:** Gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio (obtido por WDS) e a porcentagem média de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada do aço H13 NG84.



Fonte: Próprio Autor

---

A tabela 17 mostra o aumento de massa, em gramas e em porcentagem, nos corpos de prova NG42 e NG84 obtidos por pesagem em balança analítica de precisão.

**Tabela 17:** Relação entre o ganho de massa em gramas e ganho de massa em porcentagem gerado pela absorção de nitrogênio nos corpos de prova nitretados a gás.

Tratamento	Ganho de massa ( g )	Ganho de Massa (%)
NG42	0,0362	1,5572
NG84	0,0977	2,8347

Fonte: Próprio Autor

Os corpos de prova NG84 obtiveram a maior profundidade de camada nitretada entre os parâmetros de nitretação utilizados no trabalho. Assim, nestes corpos de prova, analisou-se a quantificação do ganho de massa por WDS e por pesagem em uma balança analítica de precisão.

A média da porcentagem em massa de nitrogênio na camada nitretada medido por WDS é de 3,38% (gráfico 12), comparando-a com a média obtida por pesagem, 2,83% (tabela 17), este é 16,3% menor.

A medição da composição química de determinado material por WDS é uma das mais precisas que se têm disponíveis hoje, sendo que, o WDS utiliza raios-X característicos gerados pelo material, provenientes do bombardeio de elétrons, para quantificação do elemento químico em análise (GOLDSTEIN, 2003). Além disto, detectores acoplados ao MEV são usados para comparar à emissão de raios X do material em análise, com padrões calibrados (composição química e estrutura cristalina conhecida). A medição da porcentagem de nitrogênio e carbono por WDS, por serem elementos leves, podem sofrer interferência devido à absorção de raio X, característicos do nitrogênio e carbono, pelo ferro.

Usou-se o método de pesagem, menos preciso, para aumentar a confiança nos resultados obtidos por WDS e também, devido à impossibilidade de usar a medição por WDS para todos os parâmetros de nitretação definidos no trabalho, como exemplo, para o aço AISI H13 NG42. Este método possibilitou identificar o

---

---

ganho de massa nos corpos de prova após a nitretação. Assim, pode-se dizer que a porcentagem média de nitrogênio difundido no aço AISI H13 NG84 é 3,38% em massa.

#### **5.4. Têmpera Sobre a Camada Nitretada**

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados relacionados aos tratamentos combinado de: têmpera a vácuo e têmpera em banho de sal sobre a camada nitretada a plasma e a gás com diferentes tempos de processos no aço AISI H13.

O principal objetivo da pesquisa em realizar o tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera é estudar a difusão adicional (redistribuição) do nitrogênio, presente na camada nitretada, pelos interstícios da microestrutura cristalina em direção ao núcleo da peça. Assim, consegue-se aumentar a profundidade da camada de difusão e se possível um pequeno aumento da dureza com a precipitação de novos nitretos, carbonetos e carbonitretos.

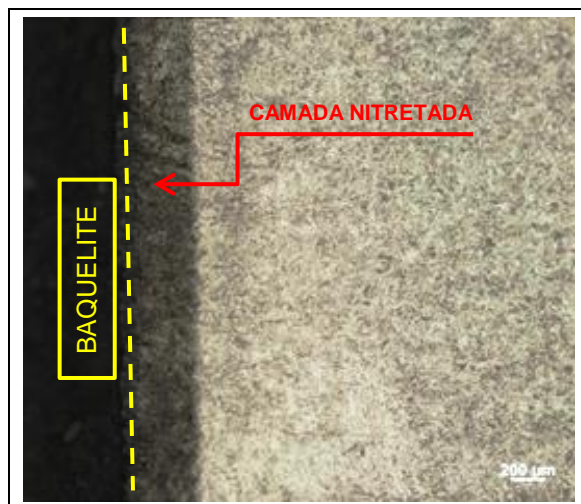
##### **5.4.1. Têmpera Sobre a Camada Nitretada pelo Processo NP12**

###### **5.4.1.1. Microestrutura**

As figuras 57, 58 e 59 ilustram as microestruturas do aço AISI H13 submetidos ao tratamento combinado de nitretação a plasma seguido de têmpera nas condições NP12+TBS10, NP12+TBS20 e NP12+TBS50, respectivamente. Nelas identificam-se as novas camadas nitretadas formadas após a têmpera (região mais escura). A seguir analisou-se a distribuição da microdureza ao longo da nova camada nitretada e, para o aço na condição N12+TBS10, analisou-se a porcentagem de nitrogênio ao longo da camada nitretada. Identifica-se que, a alteração do tempo de têmpera não influenciou a profundidade da nova camada nitretada. Isto pode ter ocorrido devido à pequena porcentagem de nitrogênio presente na microestrutura após a têmpera, analisado a seguir para o tratamento NP12+TBS10 e NP12+TV.

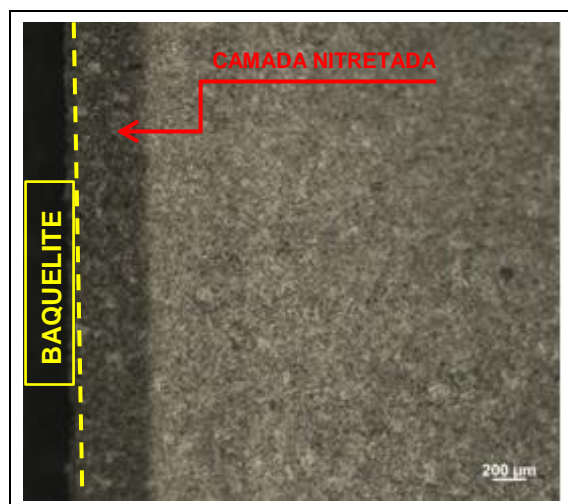
---

**Figura 57:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12+TBS10. Ataque Nital 5%.



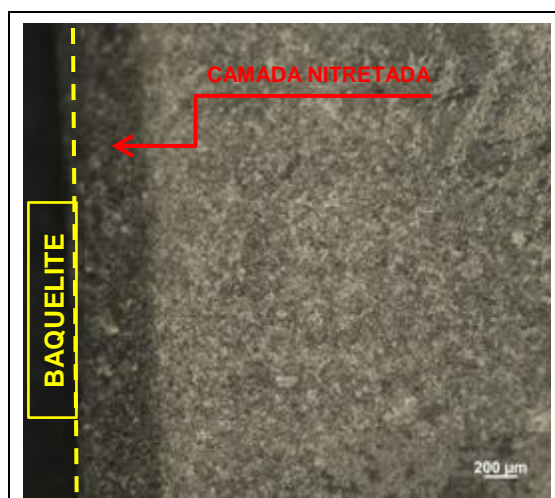
Fonte: Próprio Autor

**Figura 58:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12+TBS20. Ataque Nital 5%.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 59:** Micrografia óptica do aço H13 submetido ao tratamento NP12+TBS50. Ataque Nital 5%.



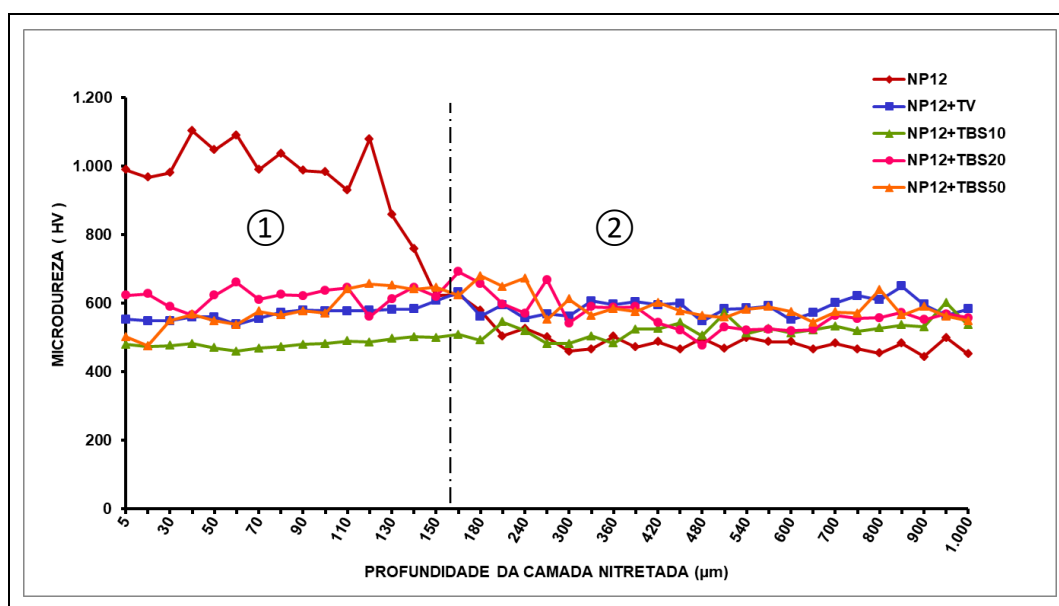
Fonte: Próprio Autor

#### 5.4.1.2. Microdureza

Usando como referência o perfil de microdureza apresentado no gráfico 01, o gráfico 13 mostra o gradiente de microdureza para os tratamentos NP12, NP12+TV, NP12+TBS10, NP12+TBS20 e NP12+TBS50. Percebe-se que ao realizar o processo de têmpera (a vácuo ou a gás) no aço AISI H13 nitretado tem-se uma diminuição na microdureza na região da camada nitretada (região ①) e um pequeno aumento da microdureza na região ②.

Na região ① do gráfico 13 o gradiente de microdureza, referente ao tratamento NP12, inicia-se com 990  $HV_{0,1}$ , a 5  $\mu m$  da superfície, com picos de microdureza de aproximadamente 1100  $HV_{0,1}$  e decresce até 579  $HV_{0,1}$  ao atingir o final da camada de difusão. Já, com relação aos corpos de prova submetidos aos tratamentos duplex de nitretação mais têmpera, a distribuição da microdureza nas regiões ① e ② permanece praticamente constante como mostra os resultados na tabela 18.

**Gráfico 13:** Perfil da microdureza em função da profundidade da camada do aço H13 submetido aos tratamentos NP12, NP12+TV e NP12+TBS10.



Fonte: Próprio Autor

**Tabela 18:** Microdureza média após os tratamentos combinados de Nitretação + têmpera para os seguintes processos NP12 (referência), NP12+TBS10, NP12+TBS20, NP12+TBS50 e NP12+TV.

Tratamentos	Microdureza Região ① (5 a 160 µm)		Microdureza Região ② (180 a 1000 µm)	
	Microdureza Média (HV <sub>0,1</sub> )	Desv. Padrão (HV <sub>0,1</sub> )	Microdureza Média (HV <sub>0,1</sub> )	Desv. Padrão (HV <sub>0,1</sub> )
NP12	932,9	146,4	481,2	20,8
NP12+TBS10	504,4	41,3	525,4	27,3
NP12+TBS20	565,8	32,7	556,8	38,6
NP12+TBS50	568,2	38,4	584,8	33,0
NP12+TV	556,7	20,8	588,8	24,4

Fonte: Próprio Autor

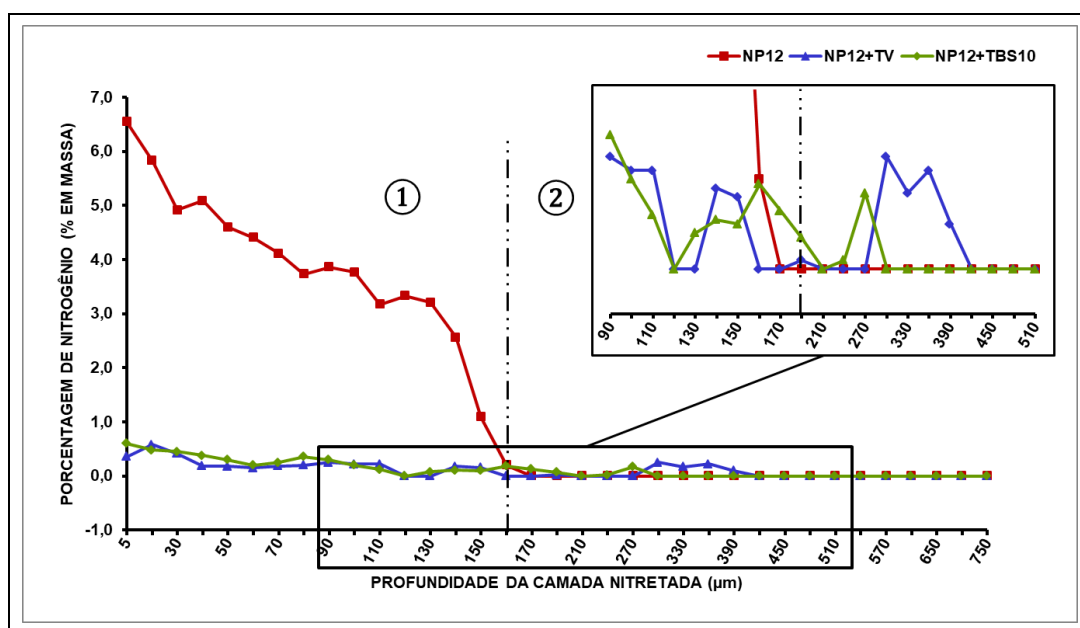
Analisando os dados apresentados na tabela 18 e as curvas apresentadas no gráfico 13 nota-se que, ao aplicar o processo de têmpera após a nitretação tem-se uma redução média de aproximadamente 45% na microdureza na região da camada nitretada (região ①) e um pequeno aumento na microdureza (entre 9% e 22%) na região do material base (núcleo). Estes valores de microdureza adquiridos

após os tratamentos combinados de nitretação mais têmpera estão próximos ao especificado na literatura para o aço AISI H13 apenas temperado.

Como relatado anteriormente, o processo de nitretação provoca uma descarbonetação na região da camada nitretada e um enriquecimento de carbono após o término da camada nitretada, como apresentado no gráfico 09, referente aos corpos de prova submetidos ao tratamento NG84 e também pela representação teórica na figura 06. Assim, a difusão adicional (redistribuição) de nitrogênio durante o processo de têmpera contribuiu para a região ① apresentar microdureza equivalente ao definido para o aço AISI H13 mesmo com a porcentagem de carbono abaixo do especificado.

Para comprovar a presença do nitrogênio na composição química do aço AISI H13 nitretado a plasma e nitretado a plasma seguido de têmpera, analisou-se através da técnica de WDS a porcentagem de nitrogênio em massa, da face em direção ao núcleo, nos corpos de prova submetidos aos tratamentos NP12, NP12+TV e NP12+TBS10. Com os resultados destas coletas de dados foram elaborados o gráfico 14 e a tabela 19.

**Gráfico 14:** Perfil da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada do aço H13 submetido aos tratamentos NP12, NP12+TV e NP12+TBS10.



Fonte: Próprio Autor

**Tabela 19:** Gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio (medição por WDS) em pontos específicos da camada nitretada no aço AISI H13: NP12, NP12+TV e NP12+TBS10.

%N na camada de difusão	NP12	NP12+TBS10	NP12+TV
%N a 5µm da face	6,55%	0,60%	0,36%
%N a 160 µm da face	0,20%	0,07%	0,02%
%N a 270 µm da face	0	0,17%	0
%N a 390 µm da face	0	0	0,10%
Área sob a curva %N vs. prof. da camada nitretada (u.a.)	574,62	50,43	55,23
Perda de Nitrogênio após a têmpera (%)	---	91,23%	90,39%

Fonte: Próprio Autor

Analisando as curvas do gráfico 14 e os valores quantitativos da %N em massa apresentado na tabela 19, identifica-se que, ao aplicar o tratamento de têmpera após a nitretação, com os parâmetros de processo definidos para os tratamentos NP12+TV e NP12+TBS10, gerou uma grande perda de nitrogênio na região da camada nitretada. Esta perda de nitrogênio foi de 90,39% e 91,23% após os tratamentos NP12+TV e NP12+TBS10 respectivamente.

No entanto, a pequena porcentagem de nitrogênio presente na microestrutura do aço AISI H13 (aproximadamente 9% em massa) possibilitou a redistribuição do nitrogênio em direção ao núcleo das amostras, aumentando à espessura da camada nitretada.

Para quantificar o total de nitrogênio presente na camada nitretada, antes e após a têmpera, calculou-se a área sob a curva dos gráficos %N vs. profundidade da camada nitretada, referente aos tratamentos NP12, NP12+TBS10 e NP12+TV usando a ferramenta para cálculo de área disponível no *Software* 3D CAD SOLIDWORKS®. Os resultados obtidos estão evidenciados na tabela 19.

Constata-se que, a camada nitretada formada na superfície do aço AISI H13 pelo processo de nitretação a plasma NP12 (tabela 11) com 160 µm de profundidade e com a porcentagem em massa de nitrogênio apresentado no gráfico 14 e na tabela



---

19 não conteve uma porcentagem de nitrogênio em massa suficiente para garantir uma expressiva difusão adicional após a têmpera.

Assim sendo, para obter uma expressiva camada nitretada, foram realizados novos tratamentos termoquímicos de nitretação, com diferentes parâmetros de processo, cujos resultados foram evidenciados nos gráficos 04, 07, 08 e 10.

O tratamento termoquímico de nitretação NG84 assegurou a maior profundidade de camada nitretada, com 420  $\mu\text{m}$ ; seguido pelo tratamento NP40, com profundidade de 300  $\mu\text{m}$ .

À vista disto, definiu-se o tratamento termoquímico NG84 para realizar os novos estudos com a aplicação do tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera (vácuo e banho de sal) no aço AISI H13 como será discutido a seguir.

#### **5.4.2. Têmpera (a Vácuo e em Banho de Sal) Após Nitretação pelo Processo NG84**

Dentre os tratamentos termoquímicos de nitretação aplicados aos corpos de prova, para análise da profundidade da camada, o tratamento NG84 garantiu a maior profundidade de camada nitretada (camada de composto + camada de difusão) como evidenciado na tabela 16.

Submetendo os corpos de prova nitretado a gás (NG84) aos tratamentos: têmpera em banho de sal (TBS10, TBS20, TBS50) ou têmpera a vácuo (TV), constatou-se alterações significativas na camada nitretada, tais como:

- ◆ Menor espessura da camada de composto;
- ◆ Formação de novas fases na camada de composto;
- ◆ Difusão adicional de nitrogênio, em direção ao núcleo da peça, aumentando espessura da camada nitretada.

As evidências destas alterações ocorridas na camada nitretada serão apresentadas nos itens **5.4.2.1** e **5.4.2.2**.

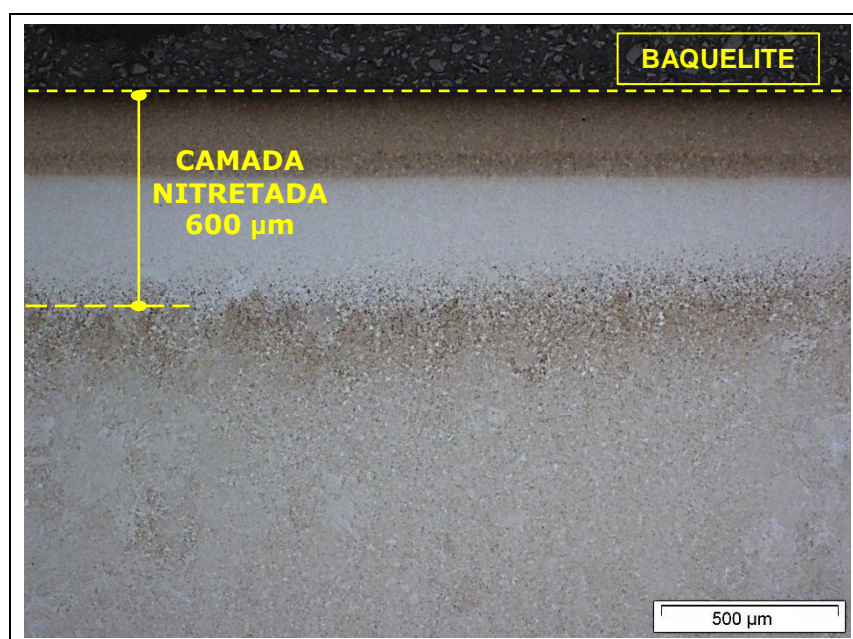
##### **5.4.2.1. Caracterização Microestrutural**

As figuras 60, 61 e 62 mostram as microestruturas do aço AISI H13 nas condições NG84+TV, NG84+TBS20 e NG84+TBS50, respectivamente. Nestas figuras é possível identificar um refinamento dos grãos na região da nova camada

---

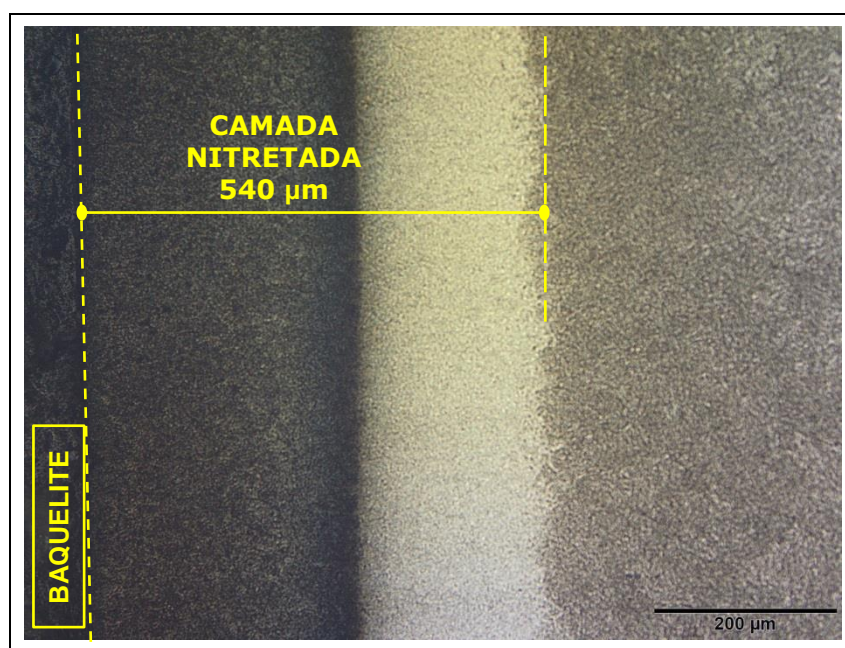
nitretada, formada após a têmpera e, indica-se que a presença do nitrogênio na microestrutura proporciona grãos mais finos após os tratamentos de têmpera e revenimento, comparando-as com a microestrutura do aço sem nitrogênio submetido aos mesmos tratamentos térmicos.

**Figura 60:** Micrografia óptica do aço AISI H13 NG84+TV. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 61:** Micrografia óptica do aço AISI H13 NG84+TBS20. Ataque Vilella.



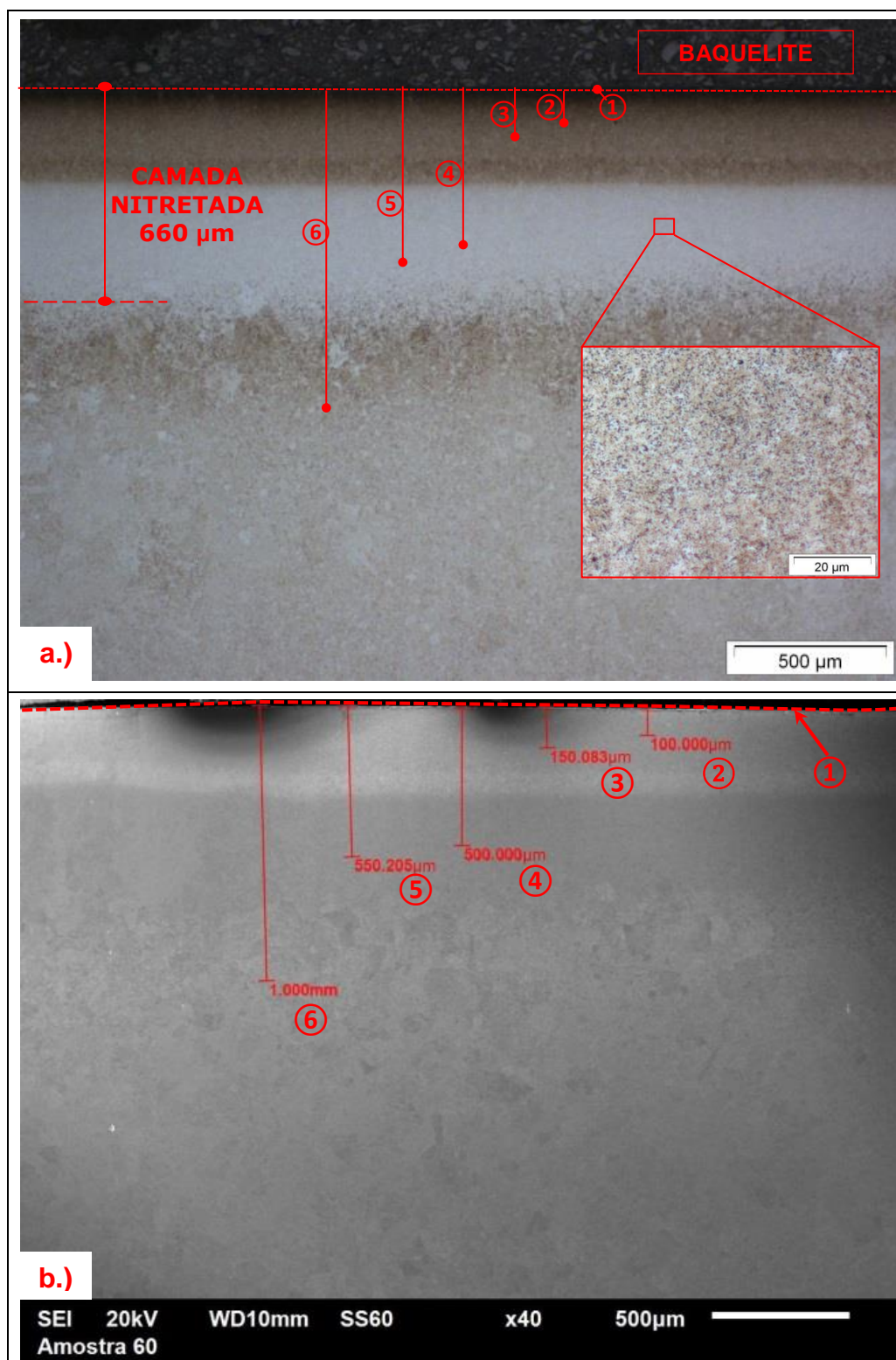
Fonte: Próprio Autor

---

As figuras 62.a e 62.b apresentam a microestrutura obtidas por MO e MEV respectivamente, no aço AISI H13 NG84+TBS50. Os números de ① a ⑥ identificam as profundidades, na região termicamente afetada pelos tratamentos de superfície, que foram analisadas, a seguir, com mais detalhes nas figuras 67, 68, 70, 71, 72 e 73. Em cada profundidade realizou-se análise metalográfica, composição química, microdureza ( $HV_{0,1}$ ) e identificação das fases presentes por DRX.

---

**Figura 62:** a.) Micrografia obtida por microscopia óptica (MO); b.) Micrografia obtida por MEV, ambas do aço H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

---

Como visto na microestrutura da figura 55 e no difratograma da figura 56, a nitretação a gás (NG84) gerou no aço AISI H13 uma camada de composto com espessura aproximada de 18  $\mu\text{m}$  formada por nitretos  $\epsilon$ ,  $\gamma'$ , CrN e  $\text{Cr}_2\text{N}$  com elevada dureza (gráfico 08). Ao submeter este aço nitretado ao tratamento de têmpera em banho de sal (NG84+TBS50) observou-se uma modificação na camada de composto e na camada de difusão. O tratamento de têmpera permitiu a difusão do nitrogênio da camada nitretada para o interior do material base na forma de solução sólida, nitretos, carbonetos e carbonitretos; e o resfriamento rápido favoreceu o aprisionamento de nitrogênio na rede cristalina formando a fase martensítica.

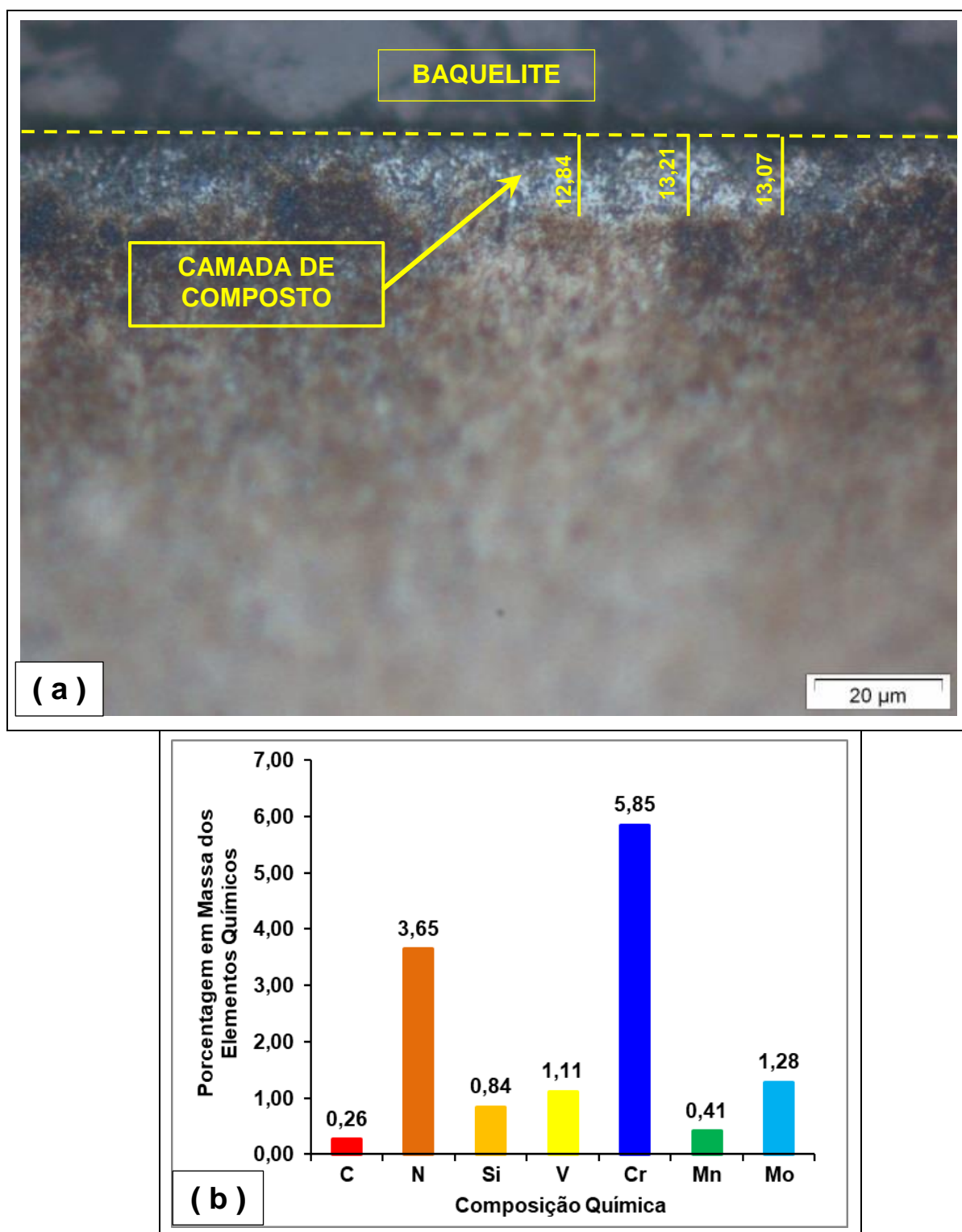
A modificação na camada de composto pode ser vista na microestrutura da figura 63.a. É notável a formação de uma nova camada de composto não uniforme com profundidade média de 13,04  $\mu\text{m}$ . E também, no difratograma da figura 64 identifica-se as fases formadas nesta nova camada de composto. Este difratograma ilustra as alterações das fases conforme a sequência de tratamentos de superfície realizados nos corpos de prova:

TR  $\rightarrow$  NG84  $\rightarrow$  NG84+TBS50

Nos itens **5.2.1** e **5.3.2.2** foram analisados os difratogramas alusivos aos corpos de prova TR e NG84, respectivamente. Estes resultados serviram como entrada de dados para análise das fases do espectro na condição NG84+TBS50.

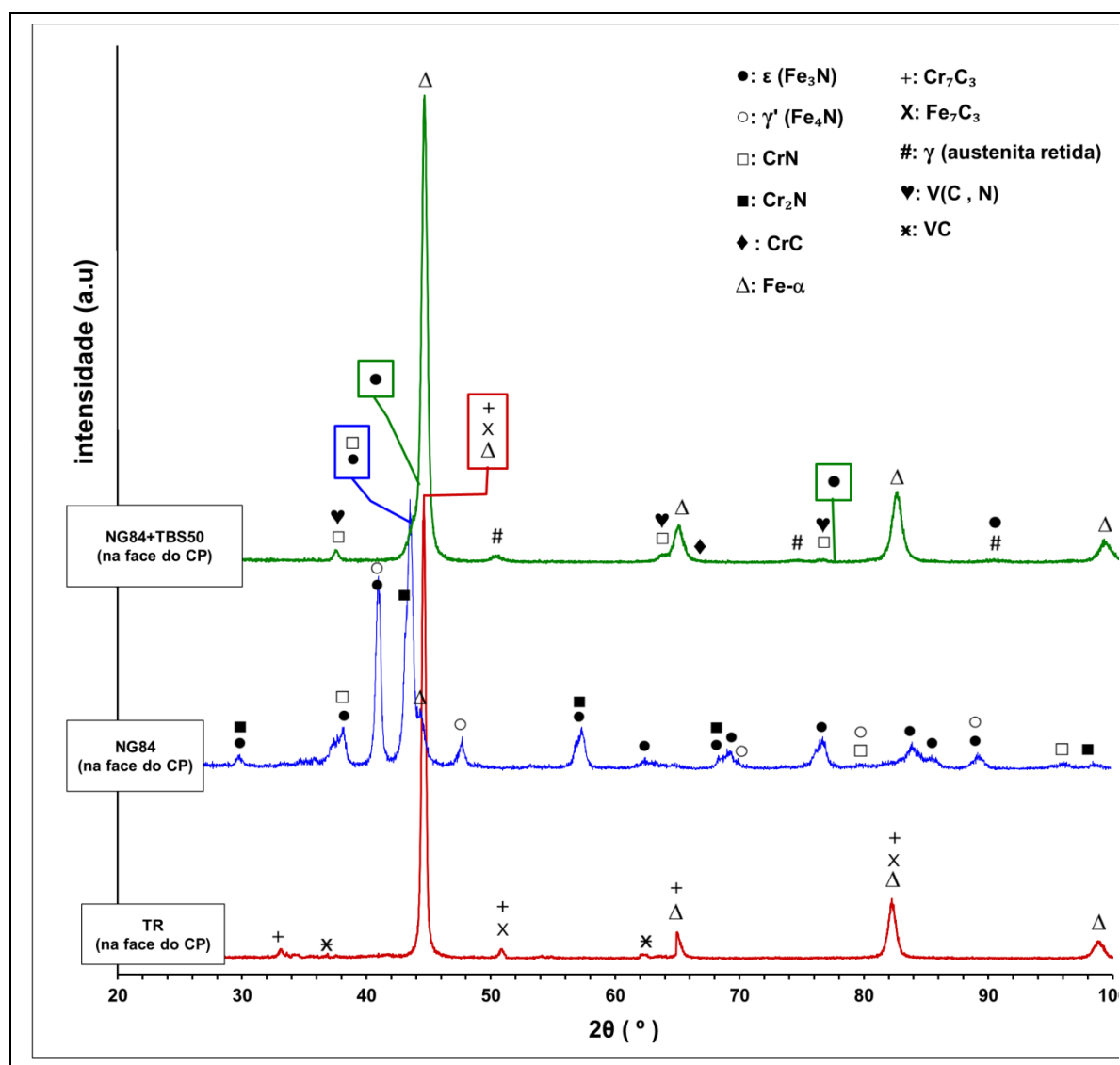
---

**Figura 63:** a.) Micrografia obtida por MO, na região ① especificada na figura 62; b.) Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn e %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova do aço AISI H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 64:** Difratoograma de Raio X no aço AISI H13: TR, NG84 e NG84+TBS50 realizado na superfície dos corpos de prova.



Fonte: Próprio Autor

Visualizando o difratograma (figura 64), realizado na face do corpo de prova, na condição NG84+TBS50 destaca-se:

- i. O reaparecimento dos picos da fase martensita (Fe- $\alpha'$ ), conforme o padrões da ficha cristalográfica ICSD.180969. Estes picos são visualizados na condição TR e desaparecem na condição NG84. A fase Fe- $\alpha'$  no difratograma dos corpos de prova TR refere-se à martensita revenida, já no difratograma dos corpos de prova NG84+TBS50 refere-se à martensita, pelo fato destes corpos de prova não serem revenidos.

A tabela 20 evidencia alguns parâmetros quantitativos dos picos das fases Fe- $\alpha'$  nas condições TR e NG84+TBS50. Usando como referência a condição TR, os picos na condição NG84+TBS50 apresentam um deslocamento à esquerda para os ângulos  $2\theta$ ; um aumento no FWHM (*Full Width at Half Maximum*) e aumento na intensidade dos picos. Isto se deve, provavelmente, pela estrutura cristalina TCC da martensita. A alta porcentagem de nitrogênio nesta região do corpo de prova corrobora com a formação da martensita de nitrogênio.

**Tabela 20:** Comparação dos parâmetros elementares dos picos do difratograma da figura 64, referente às fases martensita revenida (Fe- $\alpha'$ ) e martensita (Fe- $\alpha'$ ) no aço AISI H13 TR e NG84+TBS50 respectivamente.

Ângulo $2\theta$		FWHM ( $2\theta$ )		Intensidade (cts)	
TR	NG84+TBS50	TR	NG84+TBS50	TR	NG84+TBS50
44,576°	44,420°	0,345°	0,518°	2.491,48	2.610,35
64,849°	64,704°	0,722°	0,730°	123,74	131,30
82,178°	82,004°	0,684°	0,851°	300,42	402,40
98,749°	98,552°	0,896°	1,103°	88,54	114,26

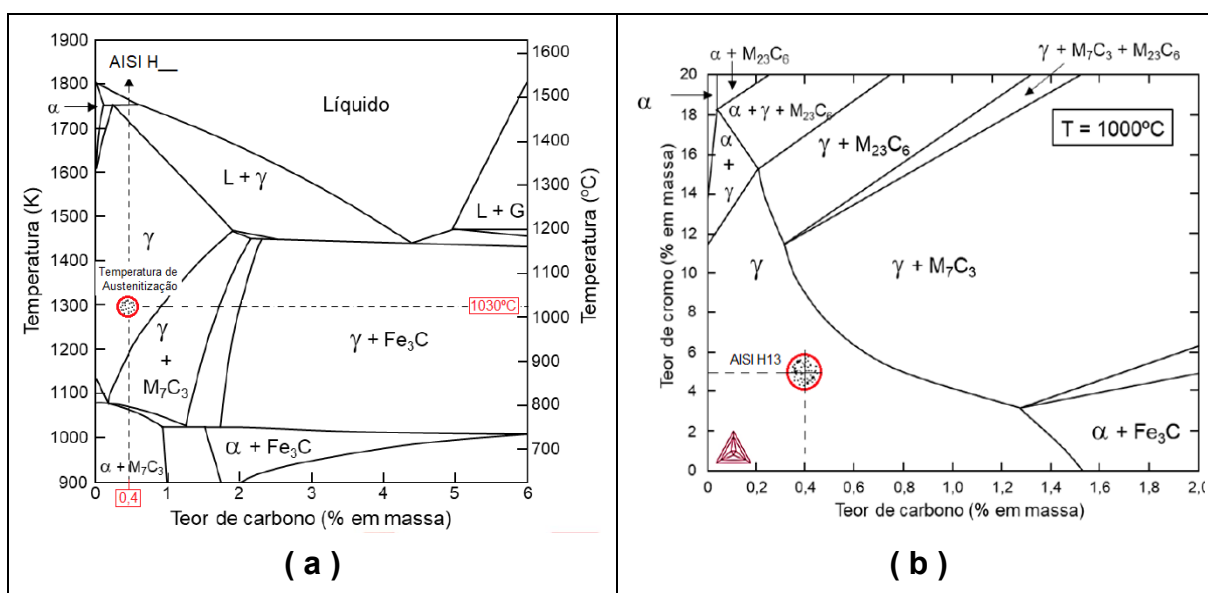
Fonte: Próprio Autor

- ii. Desaparecimento da fase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N.
- iii. Redução na intensidade dos picos referente as fase dos nitretos  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N CrN e Cr<sub>2</sub>N, comparando com o espectro NG84.
- iv. Formação da fase correspondente a austenita retida nos ângulos  $2\theta$ : 43,53°; 50,17°, 74,01° e 89,84° conforme o padrões da ficha cristalográfica ICSD.108132. Pela alta porcentagem de nitrogênio nesta região do corpo de prova, indica-se que a maior porcentagem da austenita formada nesta região é austenita de nitrogênio.
- v. Não há evidência das fases dos carbonetos M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. Isto se deve ao fato dos corpos de prova não serem revenidos após a têmpera. A ausência dos carbonetos M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> pode ser explicada ao analisar os diagramas



pseudobinário apresentados nas figuras 65.a e 65.b. Nestas figuras observa-se que, na temperatura de austenitização definida no processo de têmpera (1030°C) forma-se apenas austenita. Resfriando-o rapidamente (têmpera), a microestrutura final é formada por martensita, austenita retida, carbonetos e nitretos de liga como ilustrado no difratograma NG84+TBS50 da figura 64.

**Figura 65:** a.) Diagrama pseudobinário do sistema Fe-C-Cr para um teor fixo de 5% de Cromo b.) Seção isotérmica do sistema Fe-C-Cr referente à temperatura de 1000°C identificando a região correspondente às composições do aço AISI H13.



Fonte: adaptado de Khvan, Hallstedt e Broeckmann (2014) e Bungardt, Kunze e Horn (1958)

- vi. Na condição TR identificou-se o carboneto VC, já na condição NG84+TBS50, a presença do nitrogênio na microestrutura provocou a precipitação do carbonitreto V(C, N). Os constituintes VC e VN possuem estruturas cristalinas CFC e tem parâmetros de rede muito próximos, 0,4182 nm e 0,4136 nm respectivamente, ambos são mutuamente solúveis como V(C, N) (GU; LI; HUO, 2017; LI; CHEN; HUO, 2015). Gu, Li e Chen (2017) estudando o aço 4Cr5Mo2V (AISI H10) com adição de nitrogênio identificou como parâmetros de rede 0,4154 nm para o carbonitreto V(C, N).

Os elementos de liga vanádio (V), carbono (C) e nitrogênio (N) presentes no aço AISI H13 nitretado e temperado apresentam certa solubilidade na matriz ferrosa. Excedendo esta solubilidade, estes elementos de liga precipitam na forma VX, (sendo X = C e N). A porcentagem dos elementos de ligas V, C e N presentes no aço possibilitou calcular, usando a equação 13, a temperatura ( $T_{VX}$ ) em que V e X estão completamente dissolvidos na matriz ferrosa (LI; CHEN; HUO, 2015).

$$T_{VX} = \frac{B}{A - \log([V].[X])} \quad (13)$$

**Tabela 21:** Variáveis A e B para os precipitados VX.

Variáveis Constantes	Precipitados (fase $\gamma$ )	
	VN	VC
A	$(A_N)$ 3,63	$(A_C)$ 6,72
B	$(B_N)$ 8.770	$(B_C)$ 9.500

Fonte: adaptado de Narita (1975)

Com a porcentagem dos elementos de liga V, C e N ilustrados nas figuras 63.b, 67.b e 68.b coletados respectivamente: na face, a 100  $\mu\text{m}$  e a 150  $\mu\text{m}$  da face do corpo de prova, mais as constantes A e B apresentadas na tabela 21, aplicando-se estes dados na equação 13, calculou-se a temperatura em que os precipitados VC e VN estarão completamente dissolvidos na matriz ferrosa. Como  $T_{VC}$  e  $T_{VN}$  são maiores que 1030°C (temperatura de austenitização) a presença do carbonitreto V(C,N) na microestrutura é esperada, como identificado nos difratogramas da figura 66. Como os valores encontrados para  $T_{VC}$  são próximos à temperatura de austenitização de têmpera (1030°C) e os valores de  $T_{VN}$  são aproximadamente 150% maiores que 1030°C, é provável que o carbonitreto V(C,N). seja composto por uma porcentagem mínima de carbono e uma grande porcentagem de nitrogênio. A tabela 22 mostra os valores calculados para  $T_{VC}$  e  $T_{VN}$ .

Li, Chen e Huo (2015) realizaram cálculos termodinâmicos com a composição química do aço H13 com adição de nitrogênio (0,37%C, 1,06%V, 0,029%N, % em massa) e com a temperatura de têmpera de 1050°C e chegaram à fórmula molecular para a composição do carbonitreto  $VC_{0,6784}N_{0,3216}$ . Neste estudo os autores relatam

que, para os parâmetros usados nestes cálculos termodinâmicos, dificilmente há qualquer átomo de nitrogênio em solução sólida dissolvido na matriz e pelo contrário, pouquíssimos átomos de vanádio e carbono precipitaram como carbonetos VC. A composição do carbonitreto  $VC_xN_{1-x}$  não é constante, o valor de  $x$  muda de acordo com a composição química e temperatura de tratamento térmico. Segundo Zhou et al. (2013) a temperatura de dissolução completa dos carbonetos MC, rico em vanádio para AISI H13, é de 1141°C.

**Tabela 22:** Temperatura para dissolução completa dos precipitados VN e VC na matriz ferrosa em diferentes profundidades da camada nitretada (na face, a 100 e a 150  $\mu\text{m}$  da face) nos corpos de prova NG84+TBS50 obtidas por cálculos termodinâmicos.

Profundidade	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (em massa)			$T_{VC}$	$T_{VN}$
	%V	%C	%N		
na face do CP	1,11%	0,26%	3,65%	1036°C	2.629°C
a 100 $\mu\text{m}$ da face do CP	1,22%	0,23%	3,41%	1033°C	2.640°C
a 150 $\mu\text{m}$ da face do CP	1,14%	0,25%	3,56%	1035°C	2.629°C

Fonte: Próprio Autor

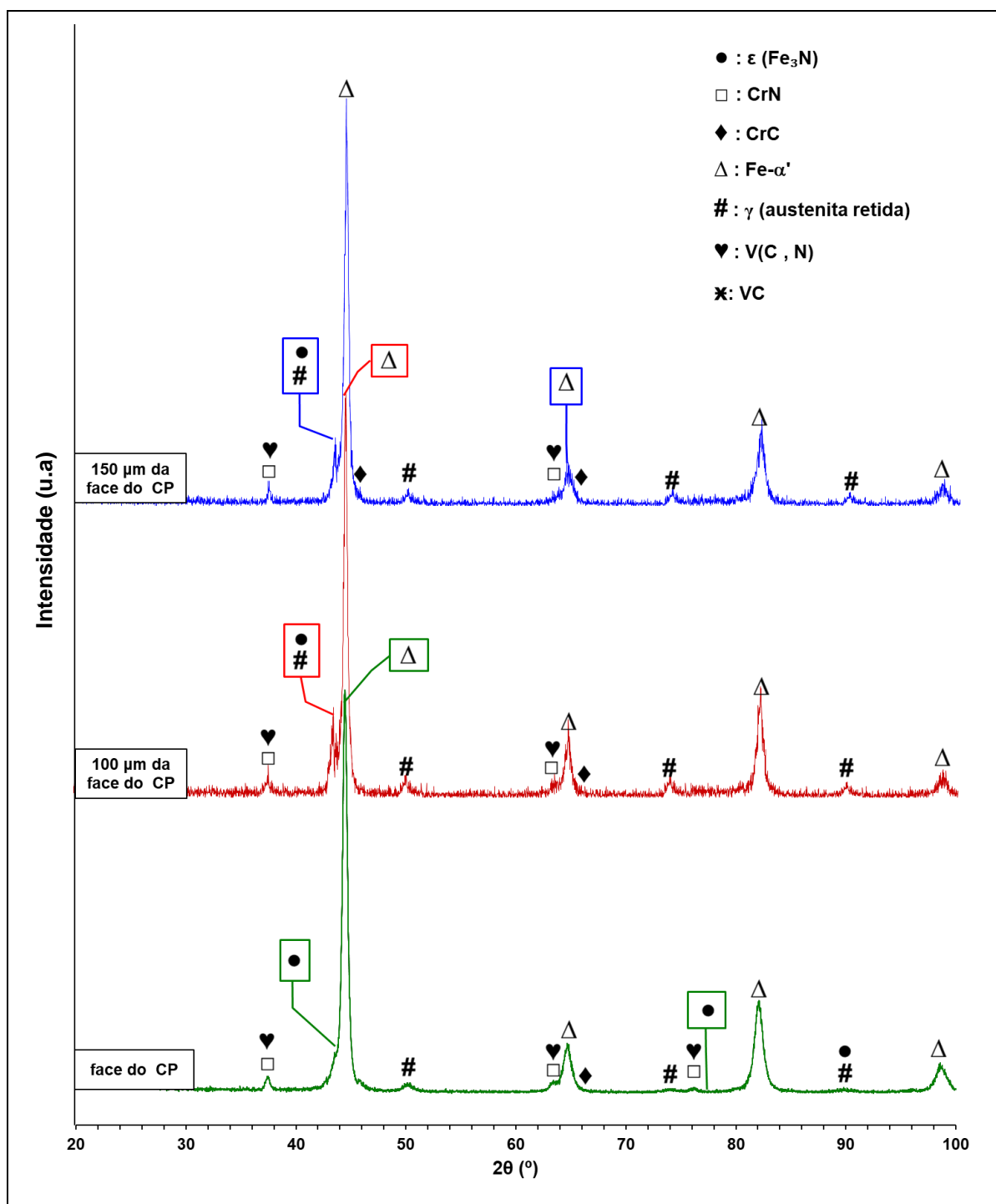
O refinamento de grão identificado na figura 62, na região da nova camada nitretada, formada após a têmpera indica que a presença do nitrogênio na microestrutura proporciona grãos mais finos após os tratamentos de têmpera, comparando-as com a microestrutura do aço sem nitrogênio. A alta porcentagem (em massa) de nitrogênio na camada nitretada é evidenciada pela composição química, ilustrada nos gráficos das figuras 63.b, 67.b e 68.b, coletadas respectivamente: na face, a 100  $\mu\text{m}$  e a 150  $\mu\text{m}$  da face. Analisando estes dados até a profundidade de 150  $\mu\text{m}$ , identifica-se a porcentagem de nitrogênio em torno de 3,65% e a porcentagem em massa de carbono em torno de 0,26%. Esta porcentagem de carbono está aproximadamente 47% menor, comparando-a com a especificada para o aço AISI H13 (tabela 12). Já as porcentagens dos demais elementos estão próximas aos evidenciados nesta tabela. Isto caracteriza a descarbonetação gerada após a nitretação inicial. Gu, Li e Huo (2017), estudando a

---

influência dos precipitados na dureza e tenacidade do aço H13 com adição de nitrogênio, identificaram uma redução significativa no diâmetro dos precipitados em aproximadamente 50%, sendo que os diâmetros dos precipitados encontrados no aço H13 comum e no aço H13 com adição de nitrogênio foram respectivamente, de 40 a 80 nm e de 20 a 40 nm. Ambos os precipitados apresentam morfologia subesferoidais distribuídos em uma matriz de martensita temperada. Além disso, Gu, Li e Chen (2017) verificaram que a martensita em ripas formada na microestrutura do aço H13 com adição de nitrogênio é muito mais estreita e curta comparando-as com a do aço H13 sem nitrogênio.

---

**Figura 66:** Difratoograma de Raio X no aço AISI H13: na condição NG84+TBS50 realizado na superfície (face) do corpo de prova; à 100  $\mu\text{m}$  e à 150  $\mu\text{m}$  da face.



Fonte: Próprio Autor

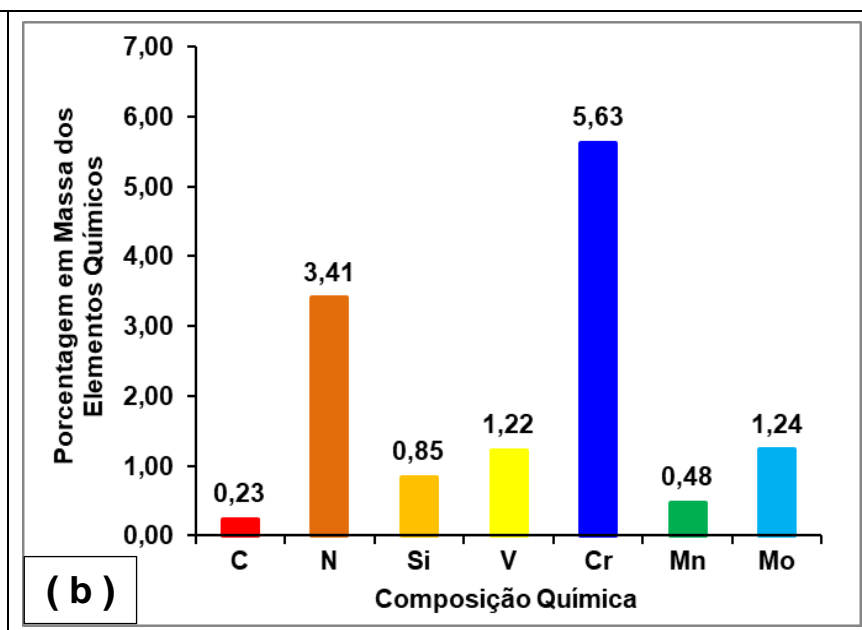
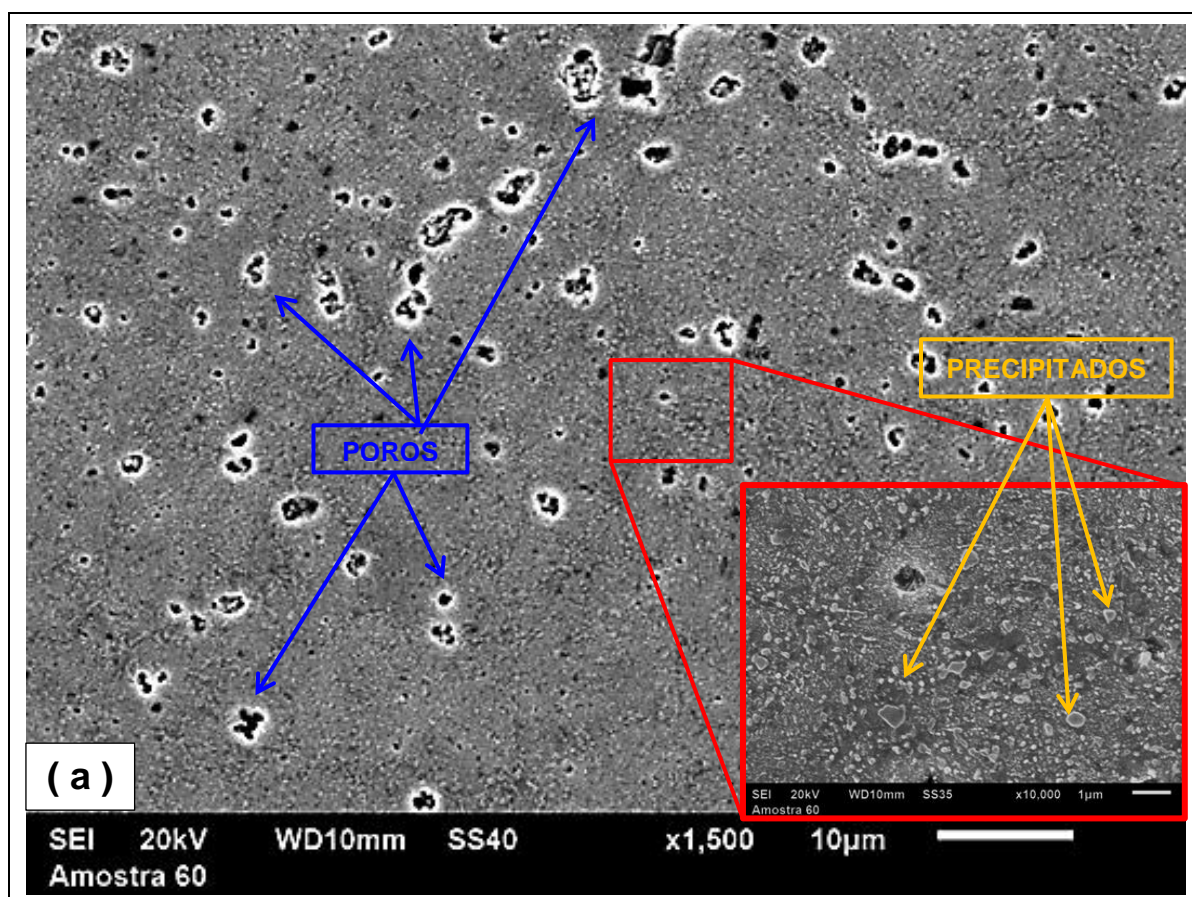
**Tabela 23:** Posição dos picos, com as respectivas fases, apresentado na figura 66, referente ao difratograma de Raio X realizado na superfície (face) do corpo de prova; na profundidade de 0,10 mm da face e na profundidade de 0,15 mm da face no aço AISI H13 na condição NG84+TBS50.

POSIÇÃO DOS PICOS: 2 $\theta$ (°)													
Na face do CP													
37,40	43,53	44,42	---	50,17	63,31	64,70	65,34	74,00	76,03	77,81	82,00	89,79	98,56
V(C,N)	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$		$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$
CrN					CrN				CrN			$\gamma$ (aust.)	
A 100 $\mu$ m da face do CP													
37,51	44,00	44,57	---	50,06	63,05	64,66	65,39	74,08	---	---	82,02	90,04	98,50
V(C,N)	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$		$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)			Fe- $\alpha'$	$\gamma$ (aust.)	Fe- $\alpha'$
CrN	$\gamma$ (aust.)				CrN								
A 150 $\mu$ m da face do CP													
37,48	43,90	44,46	45,00	50,38	63,50	64,55	65,46	74,05	---	---	81,88	---	98,35
V(C,N)	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)			Fe- $\alpha'$	$\gamma$ (aust.)	Fe- $\alpha'$
CrN	$\gamma$ (aust.)				CrN								

Fonte: Próprio Autor

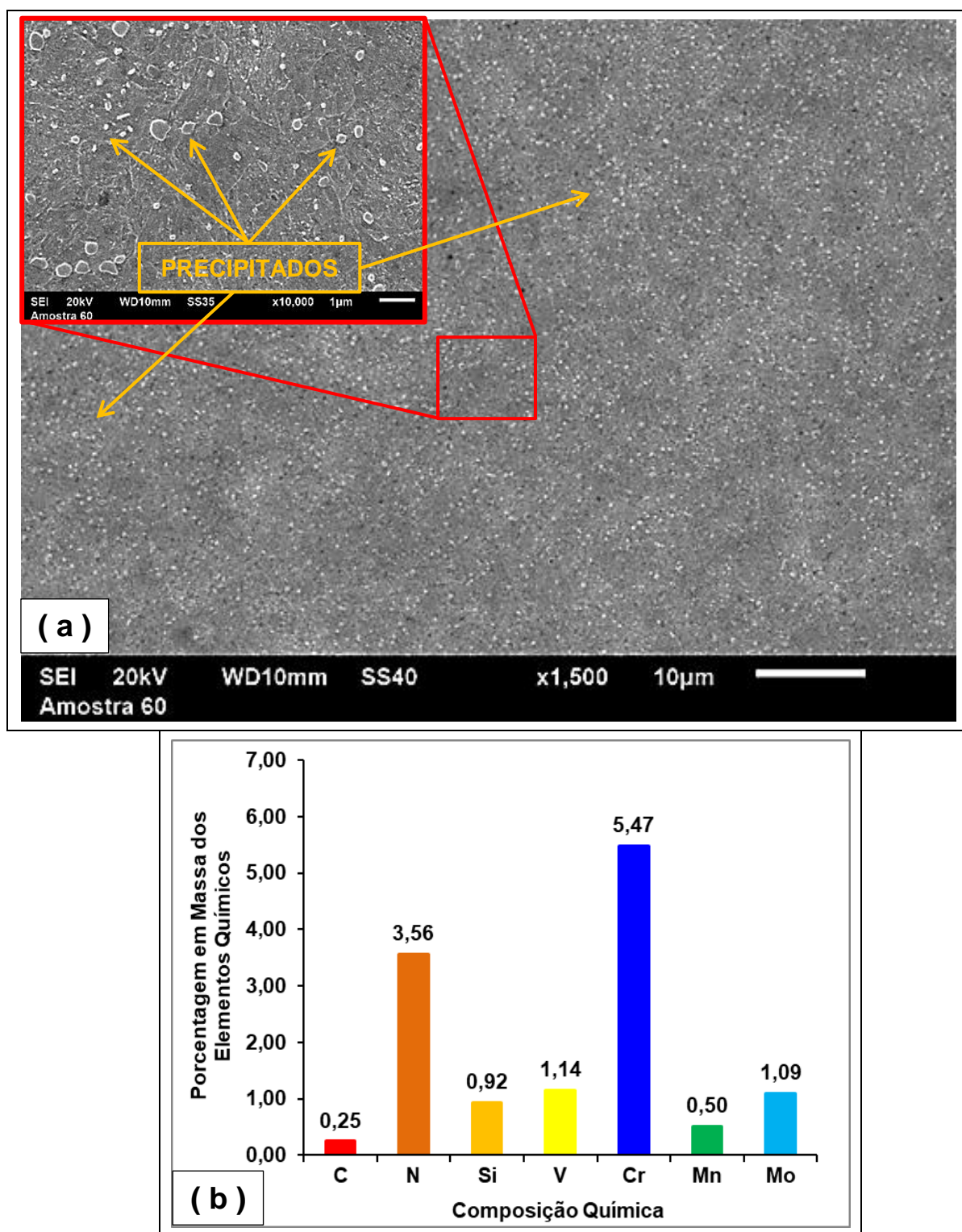
As figuras 66, 67.a e 68.a apresentam respectivamente, os difratogramas com as respectivas fases, e as microestruturas, obtidas por MEV, a 100  $\mu$ m e a 150  $\mu$ m da superfície do corpo de prova. Nestas profundidades encontra-se a nova camada de difusão modificada pela têmpera.

**Figura 67:** a.) Micrografia obtida por MEV a 100  $\mu\text{m}$  da face (região ② da figura 62); b.) composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova do aço AISI H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 68: a.)** Micrografia obtida por MEV a 150  $\mu\text{m}$  da face (região ③ da figura 62); **b.)** Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova do aço AISI H13 NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor



---

Na microestrutura mostrada na figura 67.a indica-se a presença de poros (alguns destacados com seta azul). Estes poros podem ser provenientes da ação do reagente químico (vilella) usado para revelar a microestrutura do aço e também, devido o longo tempo do tratamento de nitretação a gás (84 horas) realizado antes da têmpera. Somers e Mittemeijer (1995) e Akhtar, Arif e Yilbas, (2012) relataram que, longos tratamentos de nitretação podem provocar a formação de poros na microestrutura da camada nitretada devido à natureza metaestável dos nitretos de ferro em relação à decomposição em ferro e nitrogênio molecular ( $N_2$ ) na temperatura e pressão de nitretação, sendo, a pressão parcial do nitrogênio para o equilíbrio dos nitretos de ferro da ordem de  $10^{10}$  a  $10^{11}$  Pa à  $570^\circ\text{C}$ . A maioria dos poros de  $N_2$  são observados logo abaixo da superfície da camada de nitretos, devido esta ser a região onde ocorre a maior saturação de nitrogênio, e também devido à pressão parcial do nitrogênio, para o equilíbrio dos nitretos de ferro, ser menor. Assim os nitretos tendem a se decompor para chegar ao equilíbrio termodinâmico, levando à precipitação do gás  $N_2$  na camada (AKHTAR, ARIF E YILBAS, 2012).

Como identificado no difratograma do aço AISI H13 na condição TR, ilustrado na figura 66, os principais precipitados presentes na microestrutura são carbonetos VC e  $M_7C_3$  ( $M = \text{Cr}$  ou  $\text{Fe}$ ). Após o tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera, o nitrogênio difundido na microestrutura proporcionou a formação de novos tipos de precipitados.

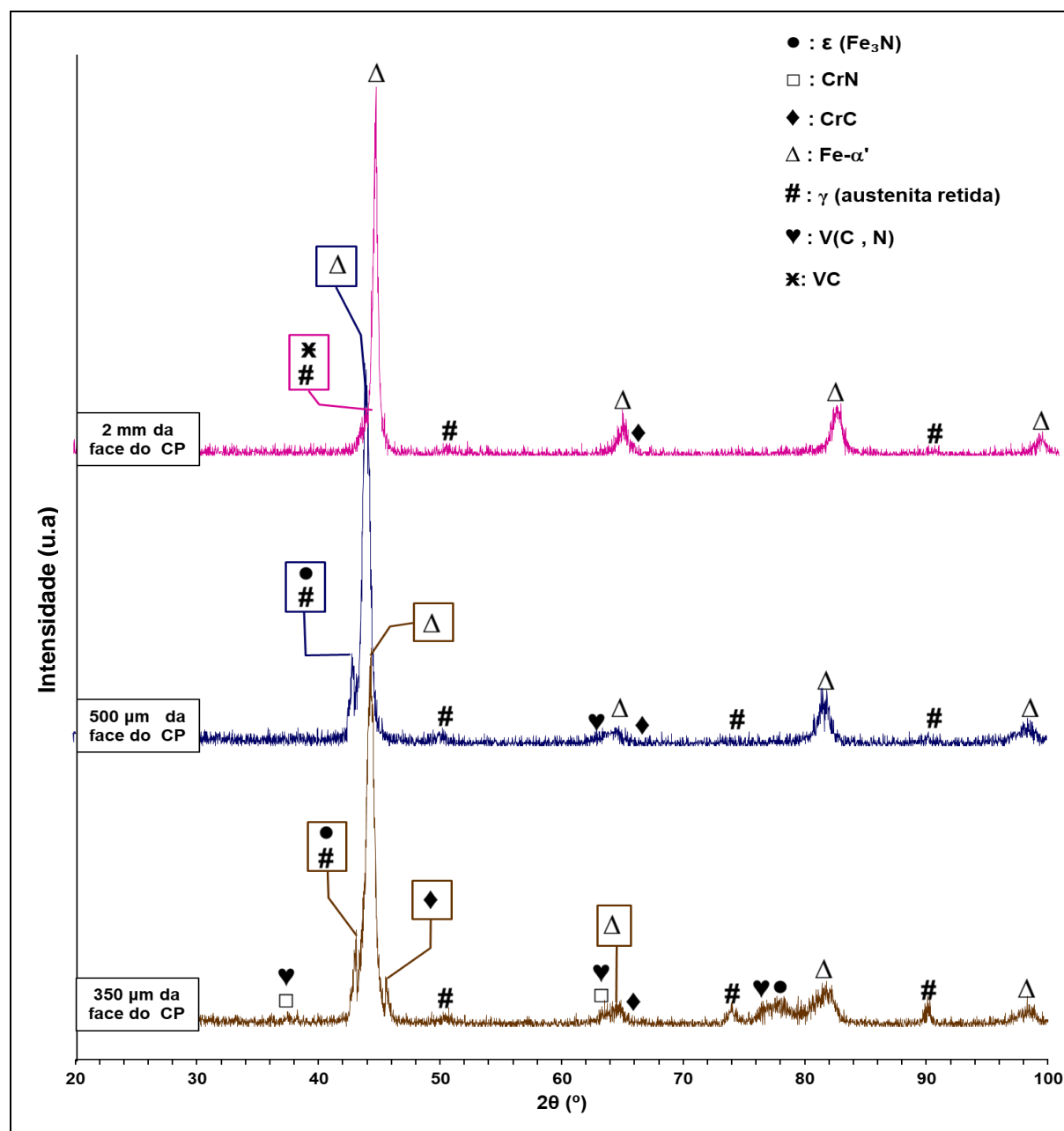
As microestruturas ilustradas nas figuras 67.a e 68.a, a  $100\ \mu\text{m}$  e a  $150\ \mu\text{m}$  da face do corpo de prova, mostram a intensa presença de nitretos e uma pequena porcentagem de carbonetos precipitados (alguns precipitados indicados com setas laranjas), isto respaldado pela baixa porcentagem de carbono e pela alta porcentagem de nitrogênio nestas profundidades da camada nitretada (figuras 67.b e 68.b). Com relação ao nitrogênio, aproximadamente 0,4%at. está em solução sólida, o restante são nitretos precipitados. Os precipitados CrN,  $V(\text{C}, \text{N})$ ,  $\epsilon - \text{Fe}_{2-3}\text{N}$  e CrC foram detectados nas análises de DRX e são mostrados nos difratogramas da figura 66, a  $100\ \mu\text{m}$  e a  $150\ \mu\text{m}$  da face.

Analisando os difratogramas da figura 69, com as fases formadas na região da camada nitretada, a  $350\ \mu\text{m}$ , a  $500\ \mu\text{m}$  e a  $2,0\ \text{mm}$  da face do corpo de prova, identifica-se uma diminuição na precipitação de nitretos (principalmente), carbonetos e carbonitretos com o aumento da profundidade da camada nitretada, chegando-se

---

a região do material base. Esta redução dos nitretos é respaldada pelas micrografias e pelos gráficos da composição química a 500  $\mu\text{m}$ , 550  $\mu\text{m}$  e a 1,0 mm da face do corpo de prova, apresentados respectivamente nas figuras 70, 71 e 72.

**Figura 69:** Difratoograma de Raio X no aço AISI H13: na condição NG84+TBS50 realizado na superfície (face) do corpo de prova; na profundidade de 0,10 mm da face e na profundidade de 0,15 mm da face.



Fonte: Próprio Autor

**Tabela 24:** Posição dos picos, com as respectivas fases, apresentado na figura 69, referente ao difratograma de Raio X realizado na profundidade de 350  $\mu\text{m}$ , 500  $\mu\text{m}$  e 2,0 mm da face da face do corpo de prova aço AISI H13 na condição NG84+TBS50.

POSIÇÃO DOS PICOS: $2\theta$ (°)													
A 350 $\mu\text{m}$ da face do CP													
37,40	43,44	44,49	45,33	50,39	63,44	64,15	65,50	74,46	76,84	78,12	81,52	90,04	98,15
V(C,N)	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$	$\gamma$ (aust.)	Fe- $\alpha'$
CrN	$\gamma$ (aust.)				CrN								
A 500 $\mu\text{m}$ da face do CP													
---	43,10	44,09	---	50,04	63,39	64,14	65,40	74,51	---	---	81,45	90,01	98,00
	$\epsilon$ (Fe <sub>3</sub> N)	Fe- $\alpha'$		$\gamma$ (aust.)	V(C,N)	Fe- $\alpha'$	CrC	$\gamma$ (aust.)			Fe- $\alpha'$	$\gamma$ (aust.)	Fe- $\alpha'$
	$\gamma$ (aust.)												
A 2,0 mm da face do CP													
---	43,84	44,48	---	50,25	---	64,49	65,51	---	---	---	81,88	90,13	98,34
	VC	Fe- $\alpha'$		$\gamma$ (aust.)		Fe- $\alpha'$	CrC				Fe- $\alpha'$	$\gamma$ (aust.)	Fe- $\alpha'$
	$\gamma$ (aust.)												

Fonte: Próprio Autor

As microestruturas apresentadas nas figuras 70.a e 71.a destacam a presença de carbonetos e carbonitretos primários do tipo MC e M(C, N) respectivamente (alguns indicados pelas setas vermelhas) em uma matriz formada por martensita, como identificado no difratograma, na profundidade de 500  $\mu\text{m}$ , mostrado na figura 69 e na tabela 24. Nesta profundidade da camada nitretada, com a porcentagem de carbono maior que 0,5% e com a porcentagem de cromo (Cr) por volta de 5,5%, ambos em massa, durante o resfriamento no processo de têmpera, tem-se uma redução na temperatura  $M_s$ , podendo formar martensita tipo misto (algumas regiões indicadas por setas amarelas).

---

Os gráficos da composição química, representados nas figuras 70.b e 71.b, mostram redução na porcentagem de nitrogênio e o aumento da porcentagem de carbono nas profundidades de 500  $\mu\text{m}$  e 550  $\mu\text{m}$ , próximos ao final da camada nitretada. Nesta região da camada nitretada tem-se o acúmulo de carbono provocado pela difusão do nitrogênio, empurrando-o em direção ao núcleo (*back diffusion*), como relatado anteriormente. Os gráficos 16, 17 e 18 validam este acúmulo de carbono a frente da camada nitretada. As porcentagens dos demais elementos químicos estão de acordo à composição química do aço AISI H13 (tabela 12).

O gráfico 17 mostra os gradientes de microdureza, da porcentagem de nitrogênio e de carbono ao longo da camada nitretada e núcleo extraído do corpo de prova na condição NG84+TBS50. Identifica-se neste gráfico a profundidade da camada nitretada de 660  $\mu\text{m}$ . Assim, o difratograma apresentado na figura 69, realizado a 350  $\mu\text{m}$  da face, mostra as fases presentes aproximadamente no meio da camada nitretada. A porcentagem em massa de carbono e nitrogênio, nesta profundidade, é de aproximadamente 0,27% e 1,45%, respectivamente. A alta porcentagem de nitrogênio corrobora com a formação dos nitretos CrN e Fe<sub>3</sub>N; do carbonitreto V(C,N). Além disso, provavelmente uma porcentagem da martensita e da austenita identificada nesta profundidade, são martensitas e austenitas de nitrogênio.

Quanto ao carbonitreto V(C,N), na tabela 25 encontram-se as temperaturas  $T_{VC}$  e  $T_{VN}$ , calculadas com dados referente a profundidade de 500 e 550  $\mu\text{m}$  da face do corpo de prova. Comparando os dados desta tabela com os da tabela 22, tem-se aumento de  $T_{VC}$  e redução de  $T_{VN}$ . Nestas temperaturas mantem-se ainda uma grande porcentagem de nitrogênio e um aumento na porcentagem de carbono precipitados na forma de carbonitretos V(C,N), comparando-os com os mesmos carbonitretos identificados na face e nas profundidades a 100  $\mu\text{m}$  e a 150  $\mu\text{m}$  da face. O aumento da porcentagem de carbonitretos V(C,N) na microestrutura contribui para o refinamento dos grãos austeníticos. Segundo Li, Chen e Huo (2015) e Gu, Li Chen (2017) o crescimento dos grãos martensíticos no aço AISI H13 é limitado pelos limites do grão da austenita original durante a têmpera, enquanto o tamanho dos grãos originais são afetados pelos carbonitretos residuais não dissolvidos. Os pequenos carbonitretos não dissolvidos dispersos retardam a migração dos

---

---

contornos dos grãos de austenita e inibem seu crescimento. Além disso, o refinamento do grão do aço com adição de nitrogênio está relacionado à precipitação de uma dispersão muito mais fina de V(C,N) durante o processo de têmpera.

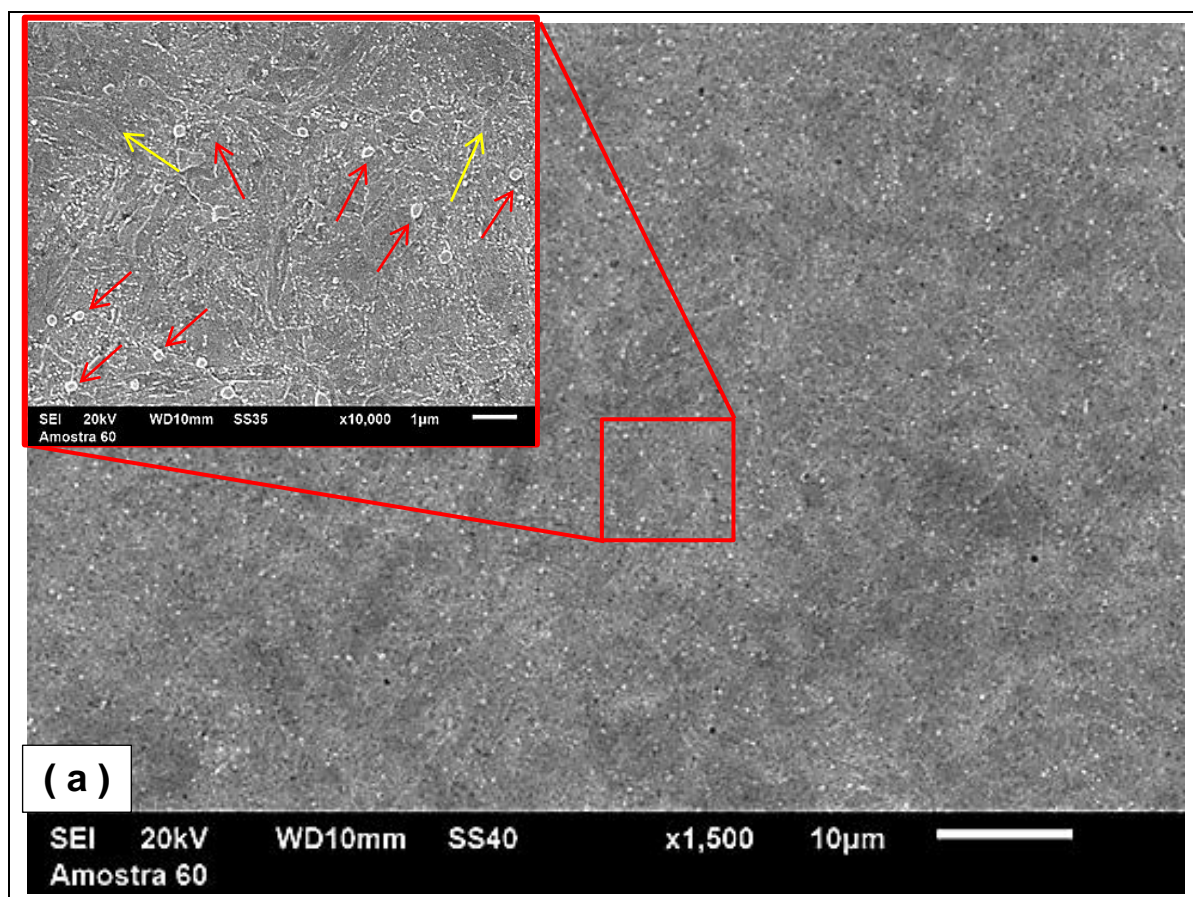
**Tabela 25:** Temperatura para dissolução completa dos precipitados VN e VC na matriz ferrosa em diferentes profundidades da camada nitretada (a 500, a 550 e a 1000  $\mu\text{m}$  da face do corpo de prova) nos corpos de prova NG84+TBS50 obtidas por cálculos termodinâmicos.

Profundidade	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (em massa)			$T_{VC}$	$T_{VN}$
	%V	%C	%N		
a 500 $\mu\text{m}$ da face do CP	1,21%	0,54%	0,17%	1.103°C	1.759°C
a 550 $\mu\text{m}$ da face do CP	1,18%	0,53%	0,10%	1.123°C	1.706°C
a 1000 $\mu\text{m}$ da face do CP	1,22%	0,40%	0%	1.078°C	---

Fonte: Próprio Autor

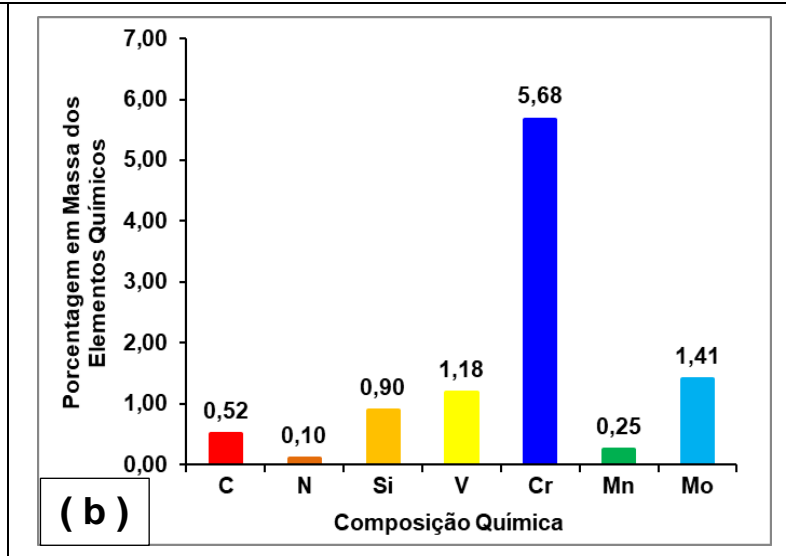
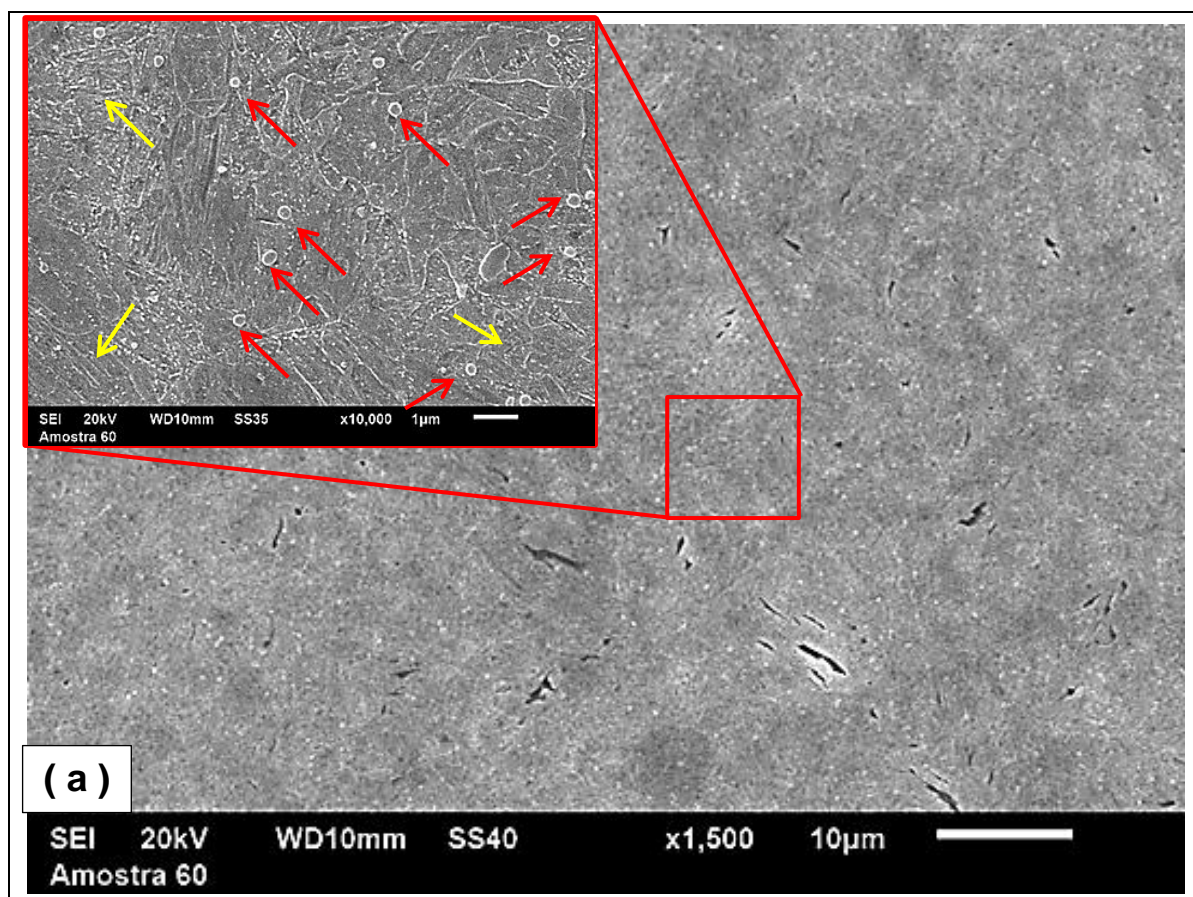
---

**Figura 70: a.)** Micrografia obtida por MEV a 500  $\mu\text{m}$  da face (região ④ da figura 62), sendo martensita indicadas pelas setas amarelas e os carbonetos e carbonitretos indicados pelas setas vermelhas; **b.)** Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 71: a.)** Micrografia obtida por MEV a 550  $\mu\text{m}$  da face (região ⑤ da figura 62), sendo martensita indicadas pelas setas amarelas e os carbonetos e carbonitretos indicados pelas setas vermelhas; **b.)** composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

---

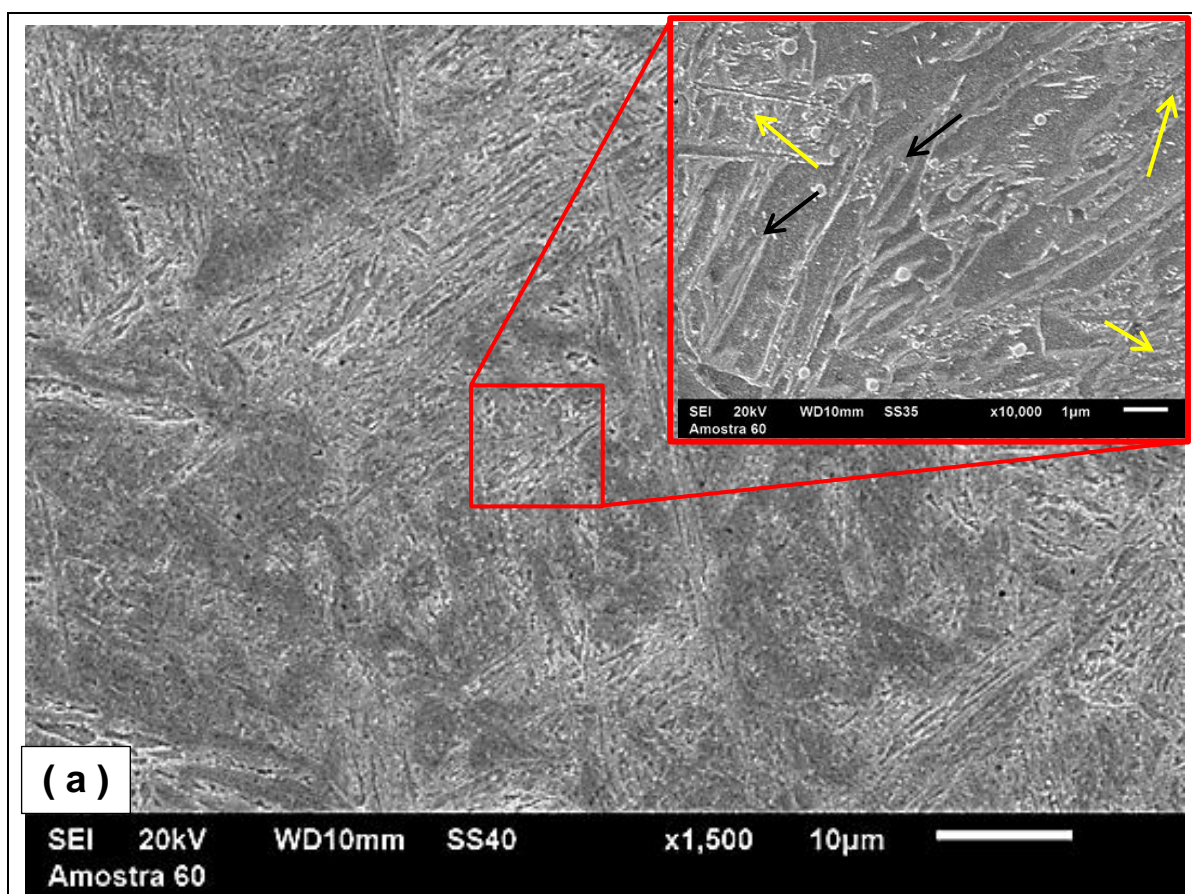
Na região ⑥ da figura 62, a 1.000  $\mu\text{m}$  de profundidade, tem-se a região do núcleo do corpo de prova. A microestrutura é formada por martensita tipo ripas ou escorregada (setas amarela) e, em algumas regiões, martensita tipo maclada ou placas (setas pretas) como mostrado na figura 72.a. A composição química analisada nesta profundidade está conforme à aço AISI H13 (figura 72.b). Mesmo com a porcentagem de carbono em massa por volta de 0,4%, a presença dos elementos de liga, principalmente a porcentagem de cromo (Cr), com aproximadamente 5,5% (em massa), gera uma diminuição na temperatura  $M_s$ . Assim a microestrutura formada após o tratamento de têmpera é composta de martensita tipo mista, comportando-se assim, como um aço de alto carbono ( $>0,6\%C$ ). A figura 73 mostra a formação desta microestrutura (martensita tipo mista) também a 2.000  $\mu\text{m}$  de profundidade da face. Microestruturas semelhantes foram apresentadas por Pellizzari et al. (2001) e Zhou et al. (2013)

Na análise por DRX realizado a 2.000  $\mu\text{m}$  da face do corpo de prova (figura 69) identificou-se, além da fase martensita, as fases: austenita retida e alguns carbonetos primários VC e CrC nos ângulos  $2\theta$  43,84°C e 65,51°C respectivamente. A presença da austenita retida se deve ao fato que, nesta etapa dos estudos, os corpos de prova não foram revenidos.

---

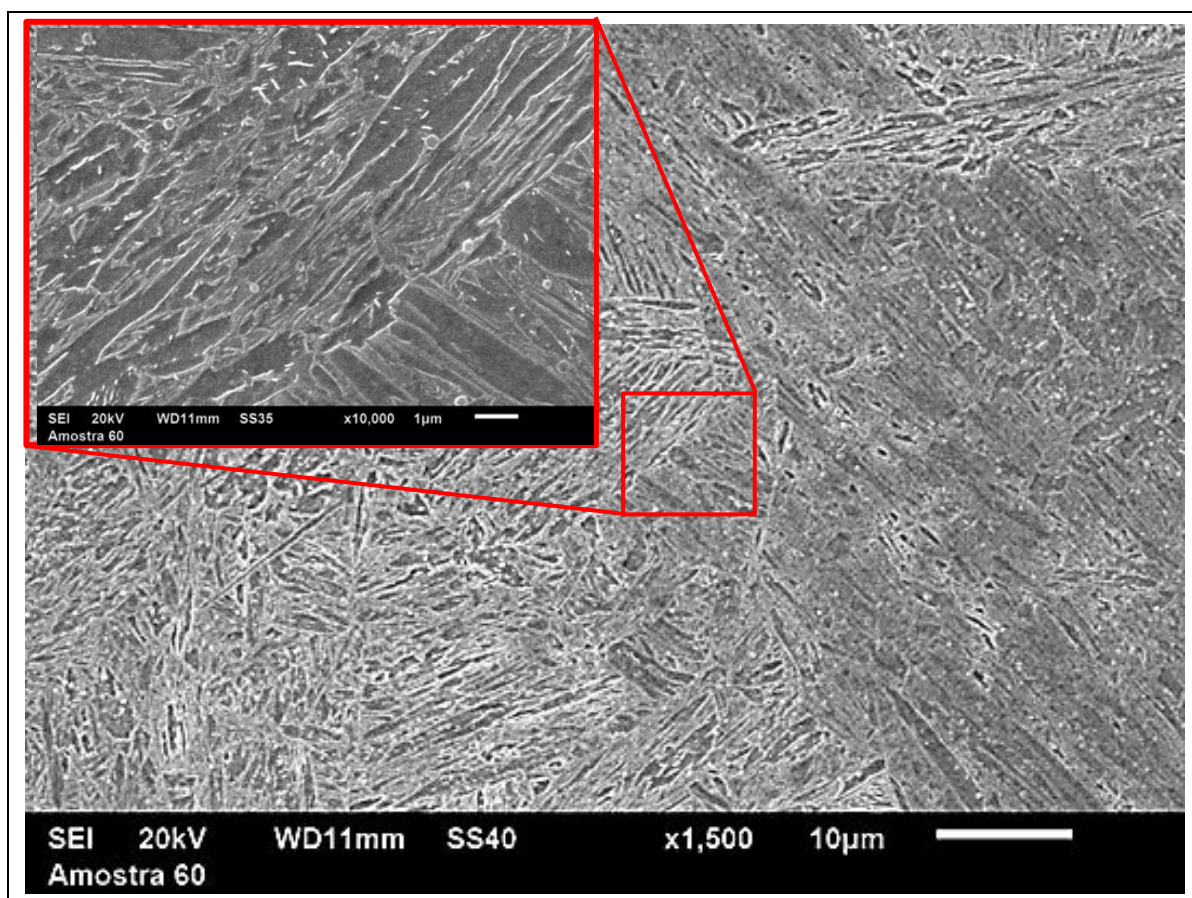


**Figura 72:** a.) Micrografia obtida por MEV a 1000  $\mu\text{m}$  da face (região ⑥ da figura 62), sendo as martensita tipo ripas ou escorregada indicadas pelas setas amarela e, em algumas regiões, martensita tipo maclada ou placas indicadas pelas setas pretas; b.) Composição química nesta região, %N e %C quantificados por WDS e %Si, %V, %Cr, %Mn, %Mo quantificados por EDS. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 73:** Micrografia obtida por MEV a 2.000  $\mu\text{m}$  da face. Corpo de prova submetido ao tratamento NG84+TBS50. Ataque Vilella.



Fonte: Próprio Autor

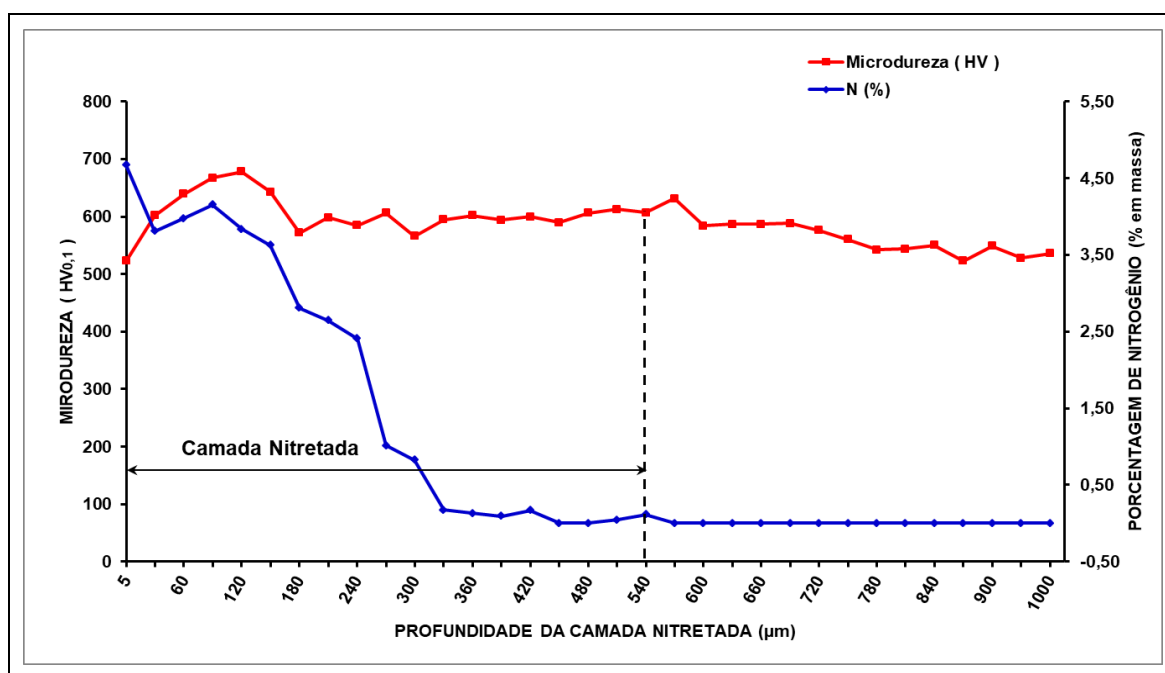
#### 5.4.2.2. Análise da Microdureza, Porcentagem de Nitrogênio e Porcentagem de Carbono.

Para complementar a caracterização das microestruturas, neste item será apresentado os resultados referente ao gradiente da microdureza, ao gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio e ao gradiente da porcentagem em massa de carbono na microestrutura, da nova camada nitretada, formada após os tratamentos combinados de nitretação a gás (NG84) seguido de têmpera (em banho de sal e a vácuo).

Os gráficos 15, 16.a, 17.a e 18.a apresentam o gradiente da microdureza e o gradiente da porcentagem em massa de nitrogênio ao longo da camada nitretada e na região do núcleo das amostras nas condições: NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV respectivamente. Além disso, os gráficos 16.b, 17.b e

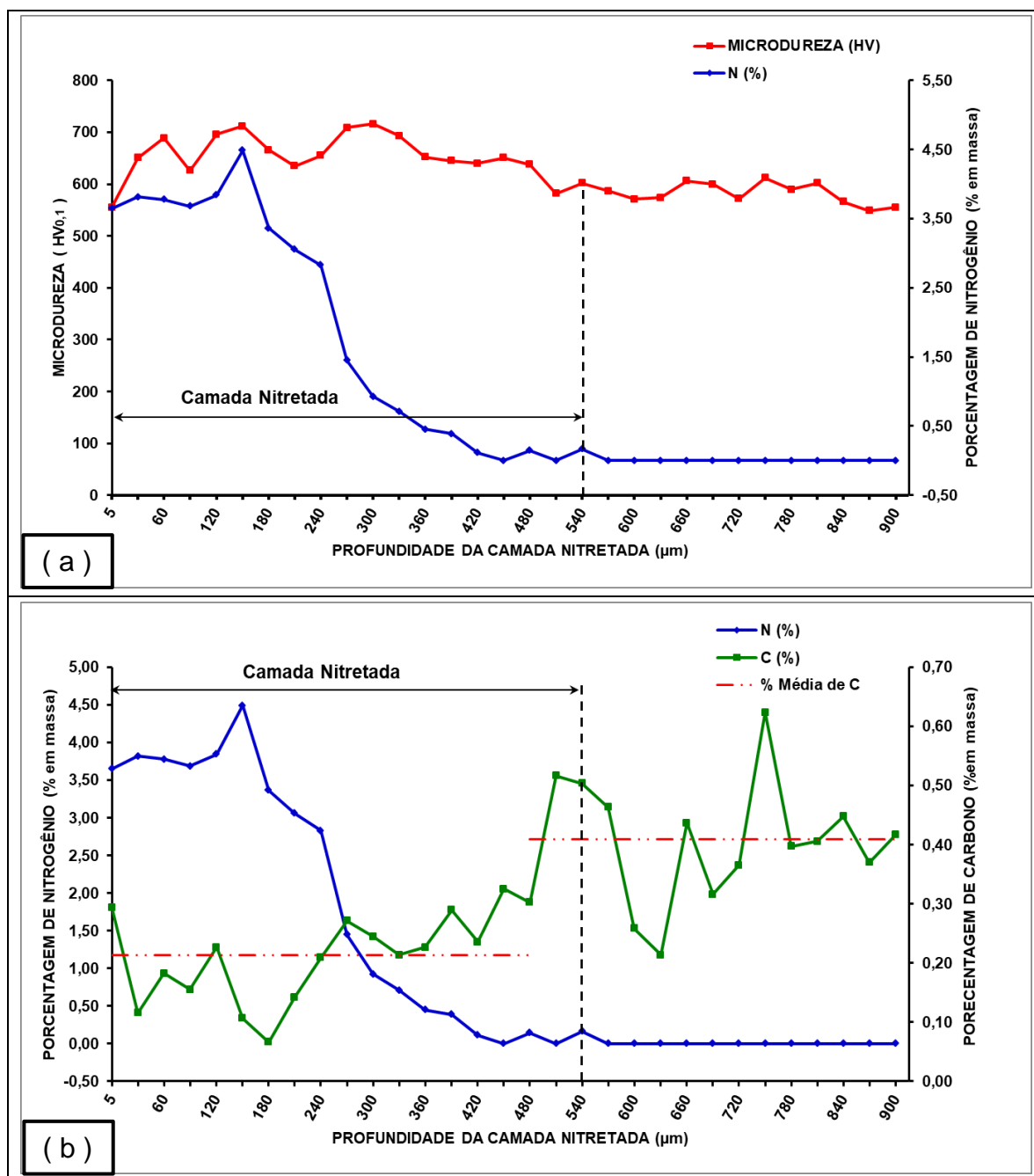
18.b mostram a distribuição da porcentagem em massa de nitrogênio e da porcentagem em massa de carbono ao longo da camada nitretada e na região do núcleo das amostras nas condições: NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV, respectivamente. Uma correlação entre os três parâmetros: microdureza, %N e %C são evidenciados nestes gráficos.

**Gráfico 15:** Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada do aço AISI H13 NG84+TBS10.



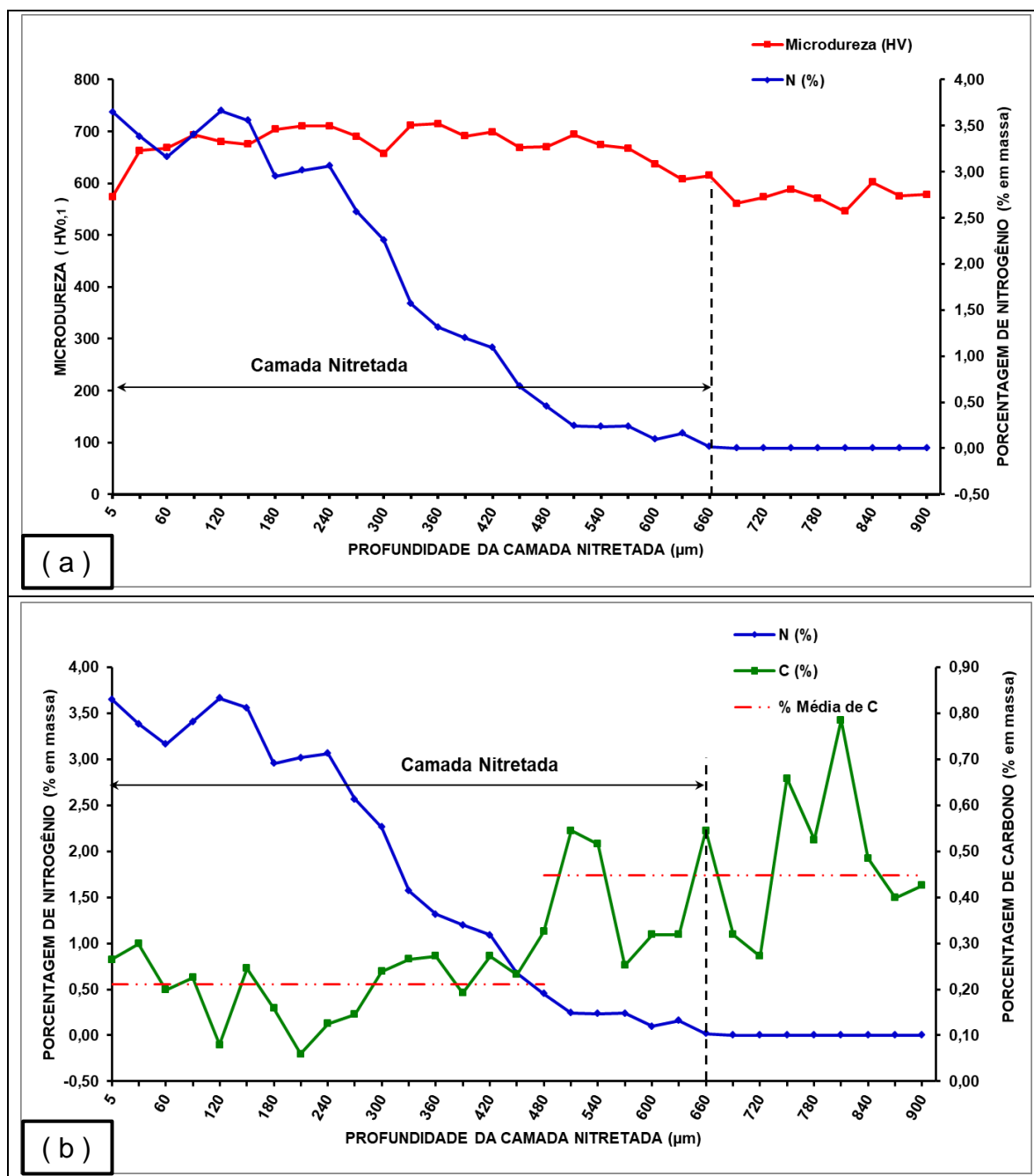
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 16: a.)** Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada. **b.)** Gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono em função da profundidade da camada nitretada. Aço H13 NG84+TBS20.



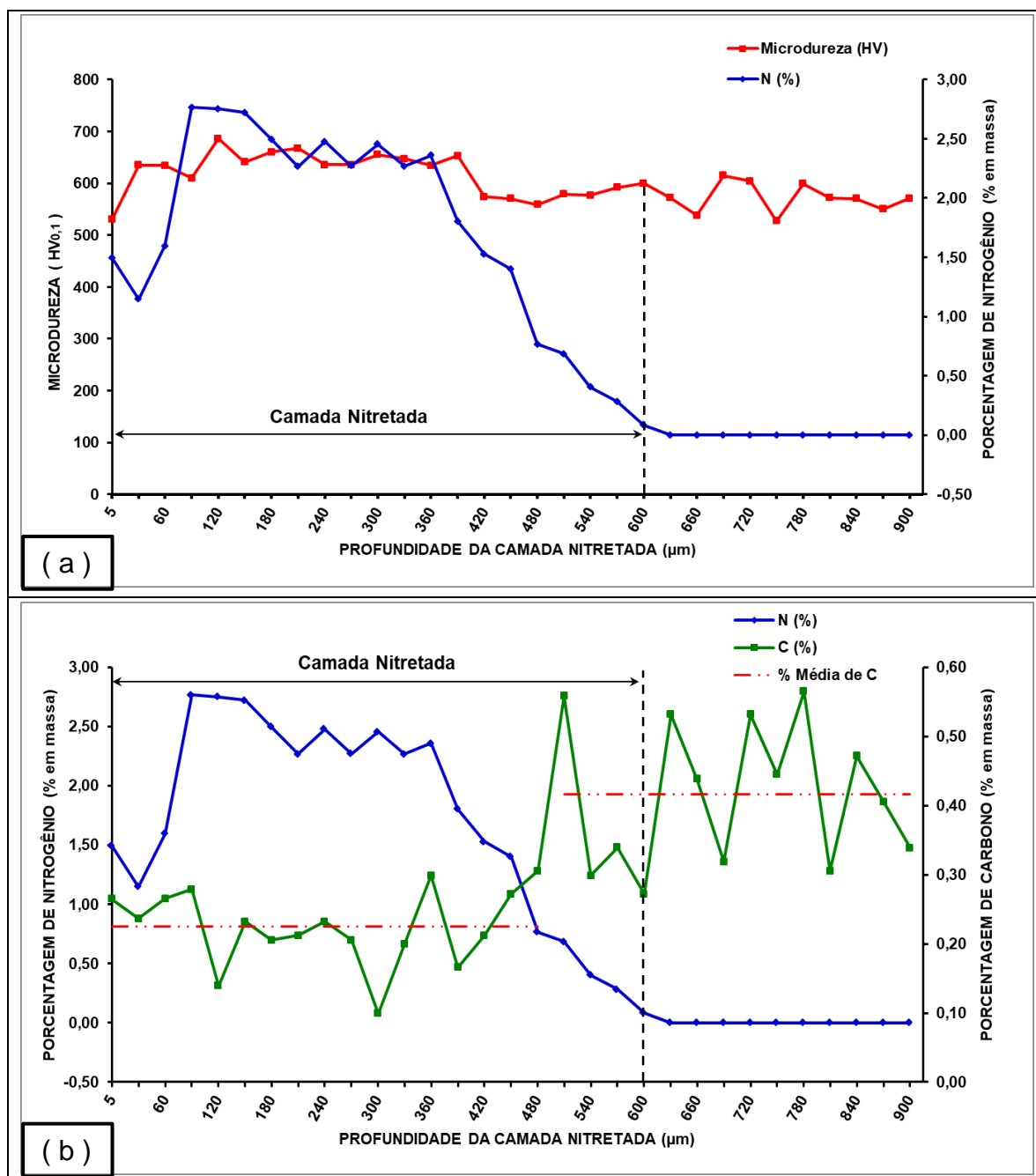
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 17: a.)** Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada. **b.)** Gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono em função da profundidade da camada nitretada. Aço H13 NG84+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 18: a.)** Gradiente da microdureza e da porcentagem de nitrogênio em função da profundidade da camada nitretada. **b.)** Gradiente da porcentagem de nitrogênio e da porcentagem de carbono em função da profundidade da camada nitretada. Aço H13 NG84+TV.



Fonte: Próprio Autor

### 5.4.2.2.1. Microdureza

Analisando primeiramente a distribuição da microdureza na camada nitretada e no núcleo (gráficos 15, 16.a, 17.a e 18.a) e tomando-se como referência a microdureza, medidas nas amostras na condição NG84 (item 5.3.1.2 e gráfico 08) tem-se que, as quatro condições de tratamentos combinados (nitretação seguido de têmpera) apresentaram menor microdureza na região da camada nitretada e um pequeno aumento na região do núcleo, como podem ser visto na tabela 26.

**Tabela 26:** Microdureza média após os tratamentos combinados de nitretação + têmpera para os seguintes processos NG84 (referência), NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV

Tratamentos	Profundidade da camada nitretada ( $\mu\text{m}$ )	Camada Nitretada		Núcleo	
		Microdureza Média ( $\text{HV}_{0,1}$ )	Desv. Padrão ( $\text{HV}_{0,1}$ )	Microdureza Média ( $\text{HV}_{0,1}$ )	Desv. Padrão ( $\text{HV}_{0,1}$ )
NG84	420	957,4	196,2	506,2	11,7
NG84+TBS10	540	604,5	34,1	568,4	28,0
NG84+TBS20	540	653,3	42,5	582,0	19,6
NG84+TBS50	660	671,9	36,8	574,3	15,7
NG84+TV	600	617,8	40,2	571,8	26,9

Fonte: Próprio Autor

A microdureza média obtida na região do núcleo, para as quatro condições de tratamentos combinados, estão coerentes ao especificado para o aço AISI H13 temperado (MESQUITA; SCHNEIDER; GONÇALVES, 2014; WEI et al., 2011; Wang; Xu; Lu, 2020) e também, corrobora com as microestruturas formadas por martensita temperada, apresentadas nas figuras 72 e 73.

Quanto ao gradiente de microdureza, obtido após a têmpera, na região da nova camada nitretada, é evidente uma redução de aproximadamente 43%, comparando-a com a microdureza média apresentada nas regiões ① e ② do gráfico 08. Esta perda de dureza foi provocada pelas transformações ocorridas na microestrutura. Comparando as fases apresentadas nos difratogramas da figura 64, nas condições NG84 com a NG84+TBS50, nota-se que, após a têmpera, tem-se uma redução na quantidade de nitretos e o aparecimento de novas fases, tais como:

---

martensita, austenita retida, carboneto e carbonitretos, como relatado no capítulo 5.4.2.1.

Nas quatro condições de tratamentos combinados (nitretação seguido de têmpera), as curvas microdureza *versus* profundidade da camada nitretada apresentadas nos gráficos 15, 16.a, 17.a e 18.a mostraram as seguintes características:

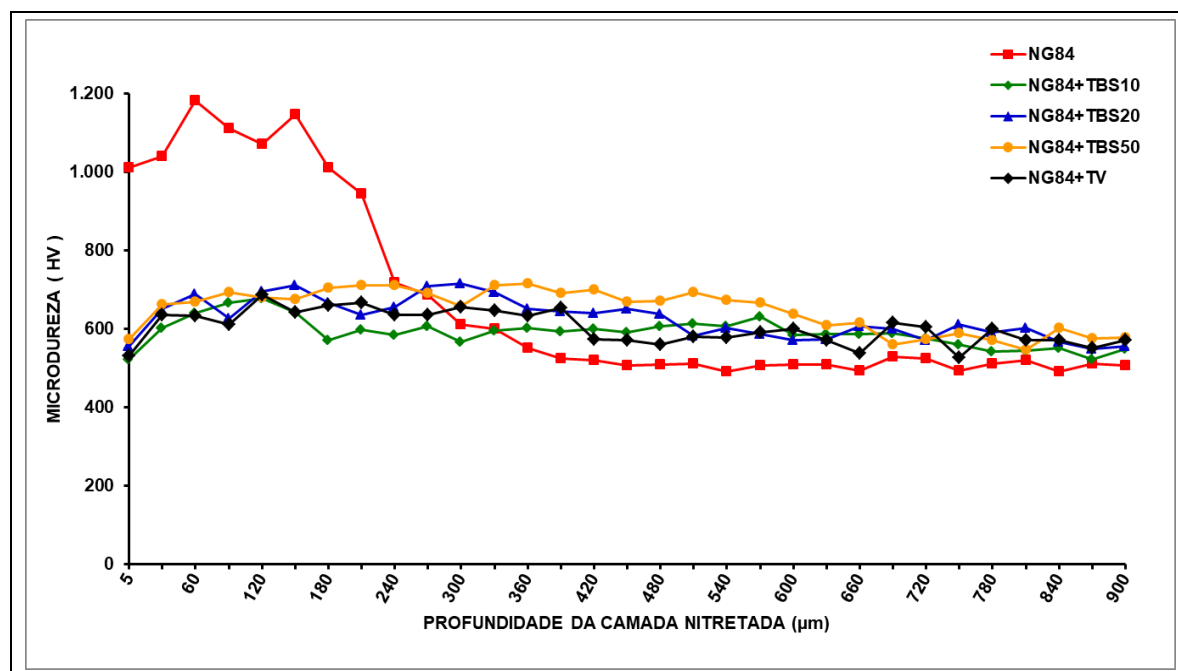
- Menor microdureza próxima à face do corpo de prova, aumentando gradativamente até atingir a microdureza máxima, em aproximadamente 700 HV.
- A região com maior microdureza condiz com a região de maior porcentagem em massa de nitrogênio.
- O tempo de encharque, na temperatura de austenitização da têmpera, influenciou no gradiente da microdureza, maior tempo de autenitização proporcionou maior profundidade da camada com maior microdureza, tais como: os corpos de prova submetidos ao tratamento NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV apresentaram tendência à queda de microdureza após a profundidade de 150  $\mu\text{m}$  (gráfico 15), 330  $\mu\text{m}$  (gráfico 16.a), 510  $\mu\text{m}$  (gráfico 17.a) e 390  $\mu\text{m}$  (gráfico 18.a) respectivamente.

A menor microdureza próxima à face do corpo de prova pode estar relacionada com a presença de poros na microestrutura como mostrado na figura 67. Mesmo com a baixa porcentagem de carbono na região da camada nitretada, a alta porcentagem de nitrogênio contribuiu para manter a microdureza média por volta de 650 HV, dureza esta equivalente ao aço carbono e/ou aço liga com alto teor de carbono no estado temperado. A adição de nitrogênio ajuda a aumentar a dureza/microdureza de maneira semelhante ao carbono (HARA et al. 2016; GU; LI; CHEN, 2017). Para melhorar a visualização da semelhança entre as curvas do gradiente de microdureza *versus* profundidade da camada nitretada, para as quatro condições de tratamentos combinados, plotou-se o gráfico 19.

---



**Gráfico 19:** Microdureza vs. profundidade da camada nitretada. Aço H13 submetido aos tratamentos NG84, NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.



Fonte: Próprio Autor

#### 5.4.2.2.2. Porcentagem de Nitrogênio e de Carbono

Como relatado anteriormente, identifica-se uma correlação entre os parâmetros microdureza, %N e %C. Assim, nos tratamentos combinados NG84 seguido pelos diferentes processos de têmpera (tabela 26), a redução da microdureza na região da camada nitretada (gráfico 19) também está relacionada com a redistribuição de nitrogênio e carbono, em direção ao núcleo, durante o tempo de enxarque, na temperatura de austenitização da têmpera.

Para comprovar esta difusão do nitrogênio e do carbono, usou-se a técnica de análise por WDS para medir a distribuição da porcentagem em massa dos dois elementos ao longo da camada nitretada (da face em direção ao núcleo) como apresentado nos gráficos 15, 16, 17, 18 e 20 e também, evidenciado na tabela 27 os resultados quantitativos em determinadas profundidades da camada nitretada.

Para quantificar a porcentagem de nitrogênio difundido na microestrutura dos corpos de prova, submetidos aos cinco tipos de tratamentos em estudos, usou-se a ferramenta do *Software* 3D CAD SOLIDWORKS® para calcular a área sob a curva dos gráficos, %N *versus* profundidade da camada nitretada. Assim, encontrou-se um

parâmetro, em comum aos tratamentos, para quantificar o total de nitrogênio difundido, como apresentados na tabela 27.

**Tabela 27:** Gradiente da porcentagem de nitrogênio em específicos pontos da camada nitretada após os tratamentos NG84, NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.

%N (em massa)	NG84	NG84 + TBS10	NG84 + TBS20	NG84 + TV	NG84 + TBS50
%N a 5 µm da face	14,76	4,67	3,65	1,50	1,98
%N a 60 µm da face	4,92	3,98	3,77	1,59	3,16
%N a 180 µm da face	3,95	2,81	3,36	2,50	2,95
%N a 270 µm da face	2,38	1,01	1,45	2,27	2,57
<b>%N a 420 µm da face</b>	<b>0,05</b>	0,17	0,12	1,53	0,91
<b>%N a 540 µm da face</b>	0	<b>0,12</b>	<b>0,17</b>	0,44	0,44
<b>%N a 600 µm da face</b>	0	0	0	<b>0,08</b>	0,10
<b>%N a 660 µm da face</b>	0	0	0	0	<b>0,02</b>
Área sob a curva %N vs camada nitretada (u.a.)	1.360,65	965,25	1.048,65	1.058,41	1.181,40
$= \frac{\text{NG84} + T_{xxxx}}{\text{NG84}} \times 100$	---	70,94%	77,07%	77,79%	86,83%

Fonte: Próprio Autor

O total de nitrogênio inserido na superfície das amostras NG84 gerou uma área sob a curva, %N *versus* profundidade da camada nitretada (gráficos 09 e 20), de 1.360,65 u.a.. Esta área é aproximadamente 2,37 vezes maior que a área gerada pelo tratamento NP12 (574,62 u.a.).

---

O aumento expressivo de nitrogênio difundido na microestrutura durante o tratamento NG84 contribuiu para a difusão adicional após a têmpera, mantendo no mínimo 70,94% do nitrogênio difundido no tratamento NG84, fatos estes não ocorridos após os tratamentos combinados NP12+TBS10 e NP12+TV. Ambos mantiveram aproximadamente 9% do nitrogênio difundido após o tratamento NP12 (tabela 19). Assim, quanto maior a espessura da camada nitretada, maior a difusão adicional do nitrogênio após os tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera.

Os resultados apresentados na tabela 27 identificam que, aumentando o tempo de encharque, na temperatura de austenização da têmpera em banho de sal, maior difusão do nitrogênio em direção ao núcleo das amostras, aumentando a profundidade da camada de difusão. As amostras NG84+TV apresentaram uma camada de difusão com profundidade entre as amostras NG84+TBS20 e NG84+TBS50 com a porcentagem de nitrogênio próximo a NG84+TBS20 como apresentado na tabela 27. Assim mostram-se eficazes os tratamentos combinados de nitretação a gás, seguido de têmpera em banho de sal ou seguido de têmpera a vácuo.

Como visto na figura 06 e no gráfico 09, o tratamento de nitretação provoca uma descarbonetação na região da camada de difusão. Esta descarbonetação manteve-se após os tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera, como mostrado na tabela 28 e no gráfico 20.

Analisando as curvas do gradiente de nitrogênio e do gradiente de carbono nos gráficos 20.a e 20.b, identifica-se que, após realizar a têmpera no aço nitretado, além da difusão adicional do nitrogênio, teve-se também a movimentação dos átomos de carbono pelos interstícios da microestrutura do aço, como já descrito anteriormente. Estas movimentações dos átomos de carbono e de nitrogênio aumentaram a profundidade da descarbonetação na face dos corpos de prova. Este aumento foi de 180  $\mu\text{m}$  como evidenciado no gráfico 20.b.

---

---

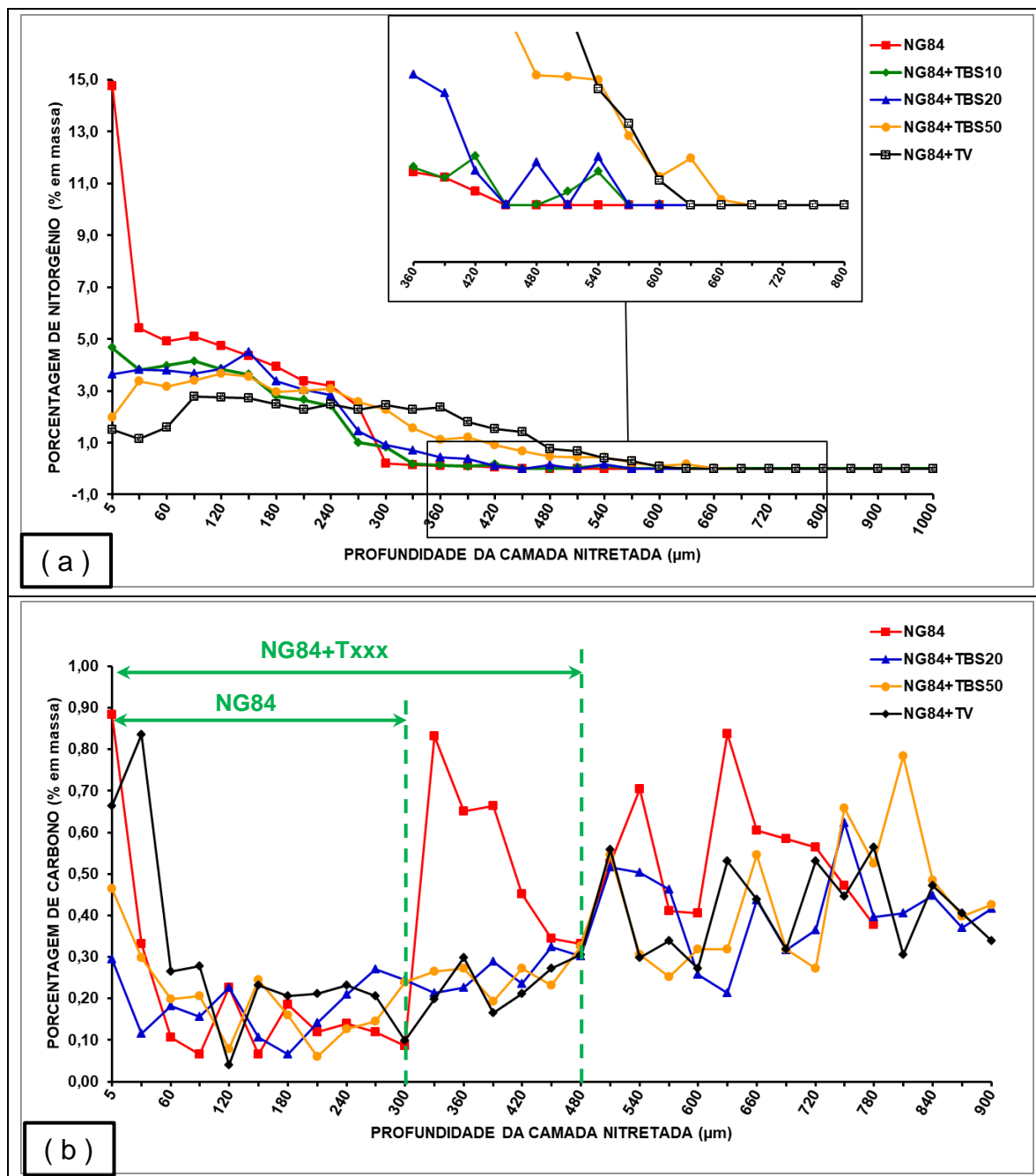
**Tabela 28:** Distribuição média da porcentagem de carbono após os tratamentos NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.

Tratamento	%C (em massa) de 5 a 480 $\mu\text{m}$ da face		%C (em massa) de 510 a 900 $\mu\text{m}$ da face	
	Média	Des. Padrão	Média	Des. Padrão
<b>NG84+TBS20</b>	0,21	0,07	0,41	0,11
<b>NG84+TBS50</b>	0,20	0,08	0,45	0,15
<b>NG84+TV</b>	0,22	0,06	0,42	0,10

Fonte: Próprio Autor

---

**Gráfico 20: a.)** Porcentagem de nitrogênio vs. profundidade da camada nitretada; **b.)** Porcentagem de carbono vs. profundidade da camada nitretada. Aço H13 submetido aos tratamentos NG84, NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV.



Fonte: Próprio Autor

---

## 5.5. Curvas de Revenimento

As ferramentas fabricadas em aço AISI H13 trabalham em temperaturas superficiais de até 550°C, que é muito próximo à temperatura de revenido (LI, CHEN, HUO, 2015). Levando em consideração a temperatura de trabalho destas ferramentas, ao definir os parâmetros para executar os tratamentos térmicos, é imprescindível a análise da curva de revenimento do aço. A forma e a posição da curva de revenido são afetadas pela composição química do aço, temperatura de austenitização, tempo de imersão e taxa resfriamento da têmpera (NADCA, 2003). Na curva de revenido do aço AISI H13 destaca-se um pico de endurecimento secundário na temperatura em torno de 510°C, decorrente de uma precipitação fina e homogênea de carbonetos de elemento de liga (KRAUSS, 2005; NADCA, 2003).

A presença do nitrogênio provocou alterações na curva de revenido do aço AISI H13 nitretado, temperado e revenido. O mecanismo de impacto do nitrogênio no comportamento ao revenimento dos aços para trabalho a quente ainda é pouco explorado (GU et al. 2021).

Os gráficos 21, 22, 23, 24 e 25 mostram a curva de revenido (dureza vs. temperaturas de revenido) para o aço AISI H13 nas condições, respectivamente: NG84+TBS50, NG84+TV, NP40+TBS50, NP40+TV e NP12+TBS50, sendo todos comparados com a curva de revenido do mesmo aço temperado à vácuo e revenido.

Comparando os valores de dureza do aço AISI H13 sem nitrogênio na microestrutura (barras vermelhas nos gráficos) com o aço AISI H13 com adições de nitrogênio após os tratamentos NG84+TBS50, NG84+TV, NP40+TBS50, NP40+TV e NP12+TBS50, tem-se as seguintes particularidades:

- O aço H13, com e sem nitrogênio apresentou o pico de endurecimento secundário na temperatura de revenido de 520°C (duplo revenido por 2 horas), tendo a queda de dureza a partir desta temperatura.
- A adição do nitrogênio na microestrutura do aço H13 gerou um aumento na dureza superficial do corpo de prova, principalmente nas temperaturas de revenido próximas à temperatura de endurecimento secundário, como evidenciado nos gráficos 21, 22, 23, 24 e 25.

A tabela 29 evidencia o aumento de dureza superficial na temperatura de revenido de 520°C (endurecimento secundário). Identifica-se, o maior e o menor

---

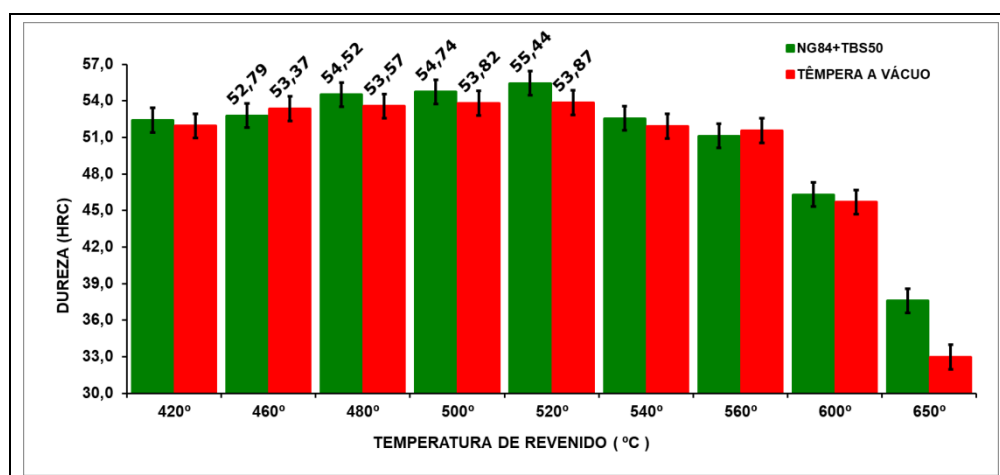
aumento de dureza, no aço H13 nas condições NG84+TBS50 e NP12+TBS50, respectivamente.

**Tabela 29:** Aumento na dureza superficial após o tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera na temperatura de revenido de 520°C

Variação na dureza superficial ( $\Delta$ ) na temperatura de 520°C	
$HRC_{NG84+TBS50} - HRC_{TÊMPERA A VÁCUO}$	1,57 HRC
$HRC_{NG84+TV} - HRC_{TÊMPERA A VÁCUO}$	1,18 HRC
$HRC_{NP40+TBS50} - HRC_{TÊMPERA A VÁCUO}$	1,43 HRC
$HRC_{NP40+TV} - HRC_{TÊMPERA A VÁCUO}$	1,39 HRC
$HRC_{NP12+TBS50} - HRC_{TÊMPERA A VÁCUO}$	0,26 HRC

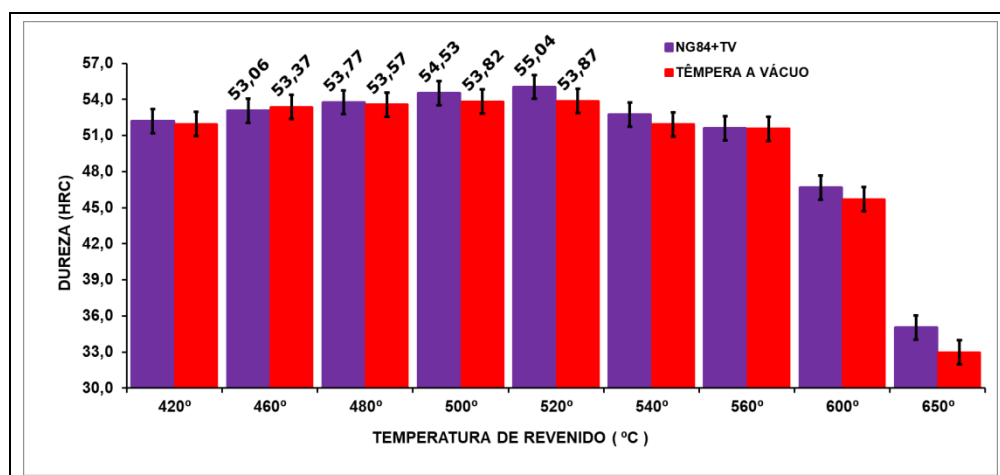
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 21:** Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NG84+TBS50 + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.



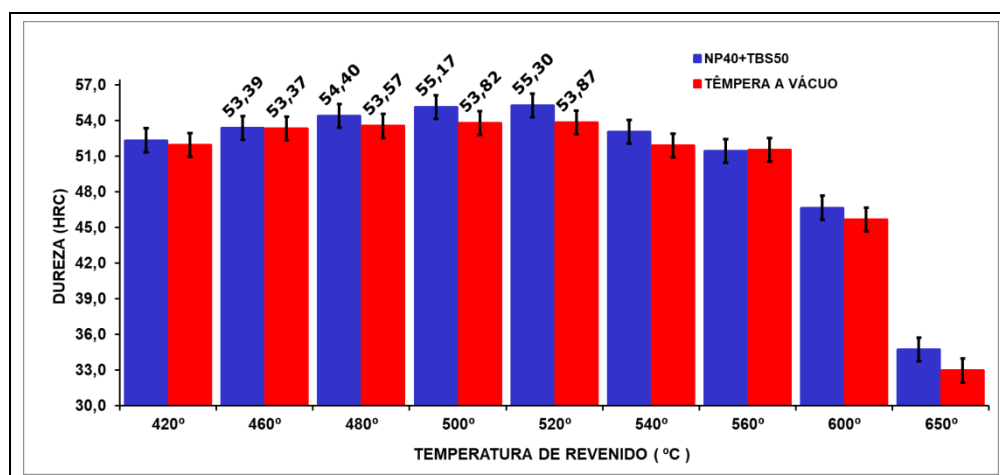
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 22:** Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NG84+TV + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.



Fonte: Próprio Autor

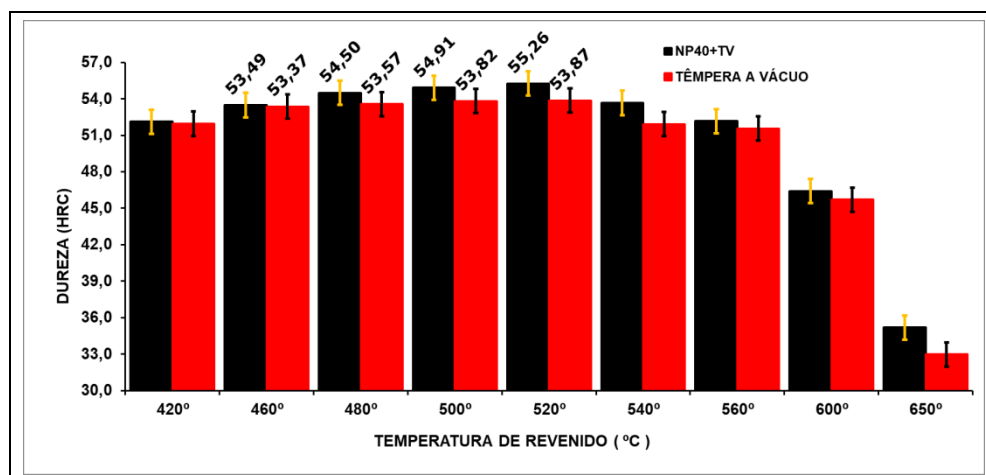
**Gráfico 23:** Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NP40+TBS50 + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.



Fonte: Próprio Autor

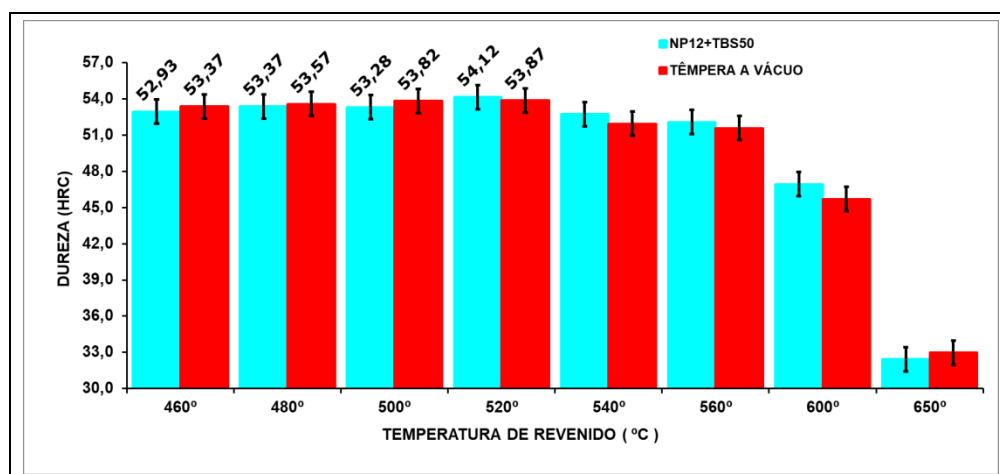


**Gráfico 24:** Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NP40+TV + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.



Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 25:** Curva de revenido do aço AISI H13 nas condições: NP12+TBS50 + Revenimento e Temperado a Vácuo + Revenimento.



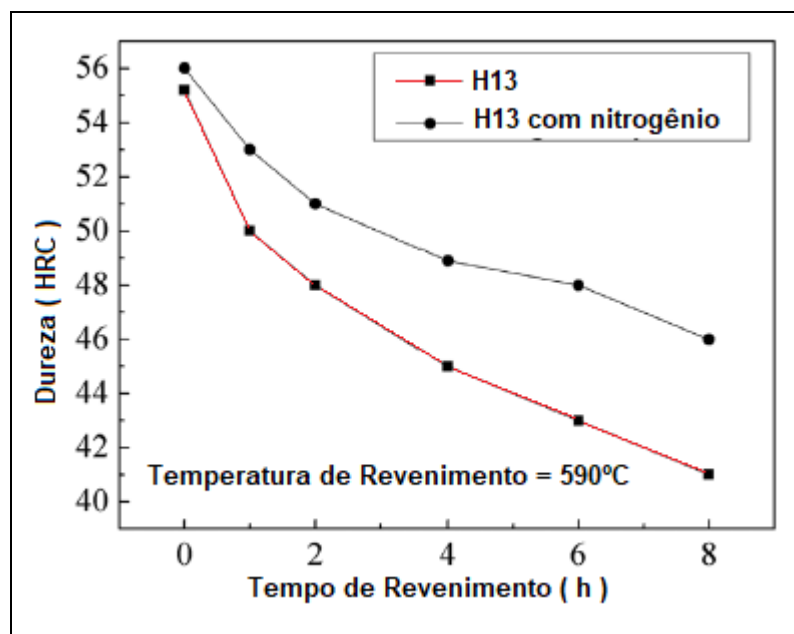
Fonte: Próprio Autor

A porcentagem em massa de nitrogênio na microestrutura corrobora com o aumento da dureza superficial após o revenido. Como relatado anteriormente, ao submeter os corpos de prova NP12 ao tratamento de têmpera, da porcentagem em massa de nitrogênio presente na camada nitretada, apenas uma pequena porcentagem manteve-se difundido na microestrutura após o tratamento de têmpera

(gráfico 14). Assim, a curva de revenido do aço AISI H13 na condição NP12+TBS50 assemelhou-se ao aço H13 sem nitrogênio. Este comportamento se mostra diferente do ocorrido nos outros quatro grupos de corpos de prova que evidenciam aumento da dureza após o revenimento, principalmente nas faixas de temperatura de endurecimento secundário (gráficos 21 a 24).

Gu, Li e Huo (2017) relatam que durante o processo de revenimento, a maioria dos átomos de nitrogênio do carbonitreto V(C,N) são dissolvidos em solução sólida na matriz, causando distorção da rede cristalina e aumentando o efeito de fortalecimento da solução sólida na microestrutura da matriz. Assim, realizando o revenimento a 590°C no aço AISI H13 com adição de nitrogênio, a dureza superficial diminui de 56 HRC (dureza de têmpera) para apenas 46 HRC, enquanto que no aço AISI H13 a dureza reduziu de 55 HRC para 41 HRC. Isto indicou que o nitrogênio melhorou a estabilidade ao revenido do aço H13, como mostra o gráfico 26.

**Gráfico 26:** Dureza vs. Tempo de revenimento para o aço H13 com e sem nitrogênio na microestrutura revenido a 590°C.

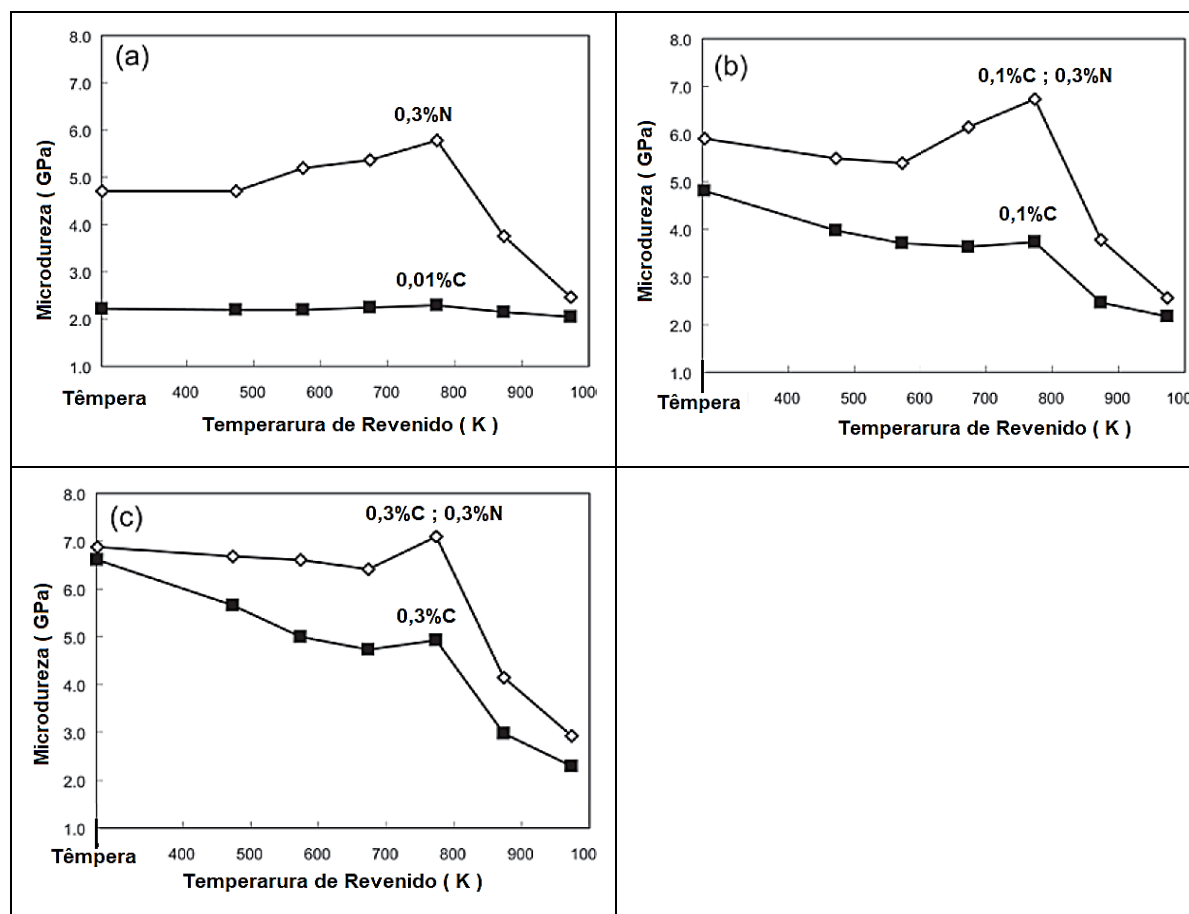


Fonte: adaptado de Gu, Li e Huo (2017)

Esta alteração na curva de revenido provocada pela presença de nitrogênio na microestrutura também foi identificada por Ngo et al. (2012) ao pesquisar o aumento da porcentagem de carbono e nitrogênio na composição química do aço

inoxidável ferrítico 12%Cr como mostrado nas curvas de revenido no gráfico 27. Neste gráfico foi possível identificar o aumento da microdureza da martensita temperada com o aumento dos dois elementos químicos. Segundo os autores a dureza da martensita temperada é aumentada devido à solução sólida de nitrogênio na microestrutura, mas sua capacidade de endurecimento é cerca de metade da do carbono e presume-se que, o notável pico de endurecimento secundário, na temperatura em torno de 500°C seja devido à formação de nitreto CrN durante o tratamento de revenimento.

**Gráfico 27:** Curvas de revenido (microdureza vs. temperatura de revenido) do aço inoxidável 12%Cr: (a) aços 0,01%C (b) 0,1%C e 0,3%N, (c) aços 0,3%C e 0,3%N (% em massa).



Fonte: adaptado de Ngo et al. (2012)

HARA et al. (2016) comparando a dureza superficial no aço HCHSS (*High-Carbon High-Speed Tool Steel*) com e sem adição de nitrogênio na microestrutura relatam que o aço HCHSS com adição de nitrogênio apresenta maior dureza devido

---

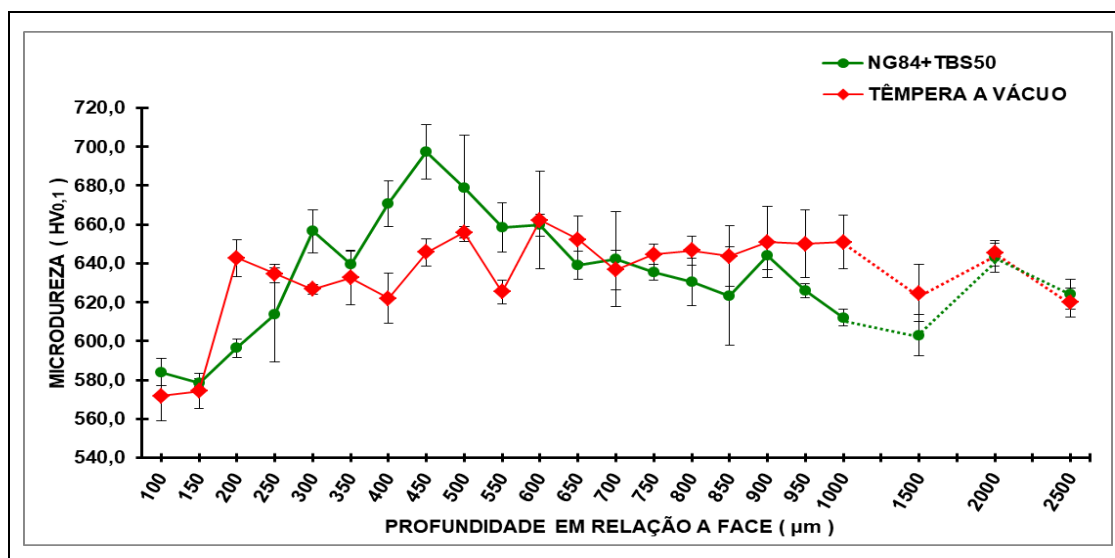
o aumento da porcentagem de carbono na matriz martensítica provocado pela redução de carbono nos carbonetos  $M_2C$  ou  $MC$  gerado pela substituição do carbono pelo nitrogênio formando os carbonitretos  $M_2(C,N)$  ou  $M(C,N)$ , sendo que o carbono tem um efeito 2,5 vezes maior que o nitrogênio no endurecimento da martensita temperada (TAKANO et al., 2000).

Os gráficos de 28 a 32 mostram a distribuição de microdureza na seção transversal dos corpos de prova revenidos a  $520^\circ\text{C}$  (temperatura de endurecimento secundário) onde foi comparada a distribuição da microdureza dos aços H13 nitretado, temperado e revenido com o aço H13 apenas temperado e revenido.

Para todas as condições de tratamentos térmicos e termoquímicos, que foram submetidos os corpos de prova, os gráficos mostram a microdureza em torno de  $580\text{ HV}_{0,1}$  até a profundidade de  $150\ \mu\text{m}$  e a partir deste ponto:

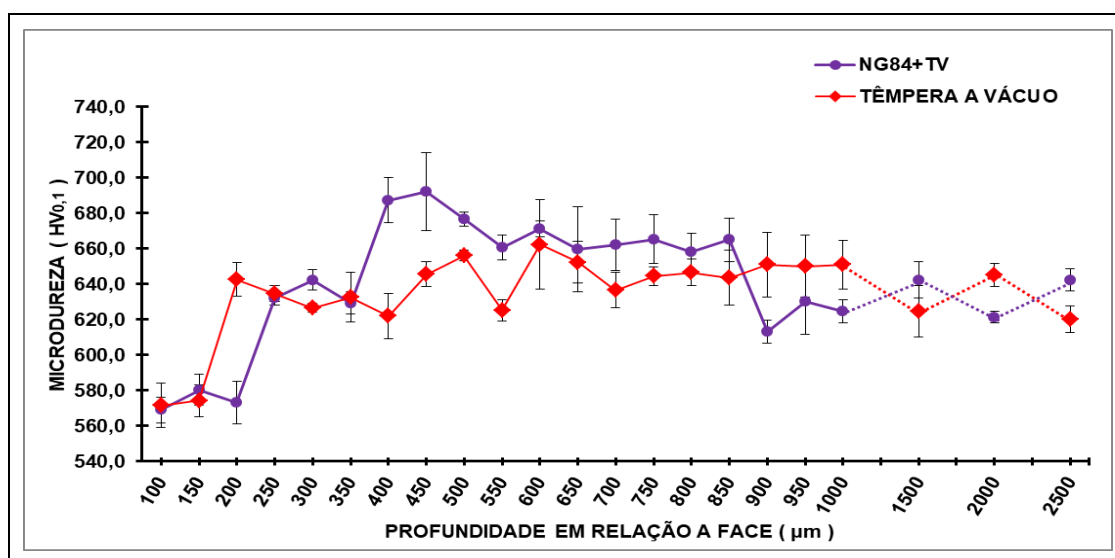
- Os corpos de prova apenas temperados e revenidos (curva vermelha) apresentaram um aumento de microdureza a partir da profundidade  $150\ \mu\text{m}$ , atingindo aproximadamente  $640\text{ HV}_{0,1}$  e mantendo-se esta média até o núcleo do corpo de prova.
  - Os corpos de prova NG84+TBS50, NG84+TV, NP40+TBS50 e NP40+TV (gráficos 28, 29, 30 e 31 respectivamente), a partir de  $150\ \mu\text{m}$ , tiveram um acréscimo sucessivo de microdureza, atingindo o pico em torno de  $690\text{ HV}_{0,1}$  na profundidade entre  $400$  e  $500\ \mu\text{m}$ .
  - Os corpos de prova NP12+TBS50 (gráfico 32) mostraram o pico de microdureza em torno de  $680\text{ HV}_{0,1}$  na profundidade entre  $300$  e  $400\ \mu\text{m}$ , diferente do ocorrido nos demais corpos de prova. Verificou-se que a menor profundidade da camada nitretada formada pelo tratamento NP12 diferenciou a curva de microdureza da seção transversal neste grupo de corpo de prova.
-

**Gráfico 28:** Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NG84 + TBS50 + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova.



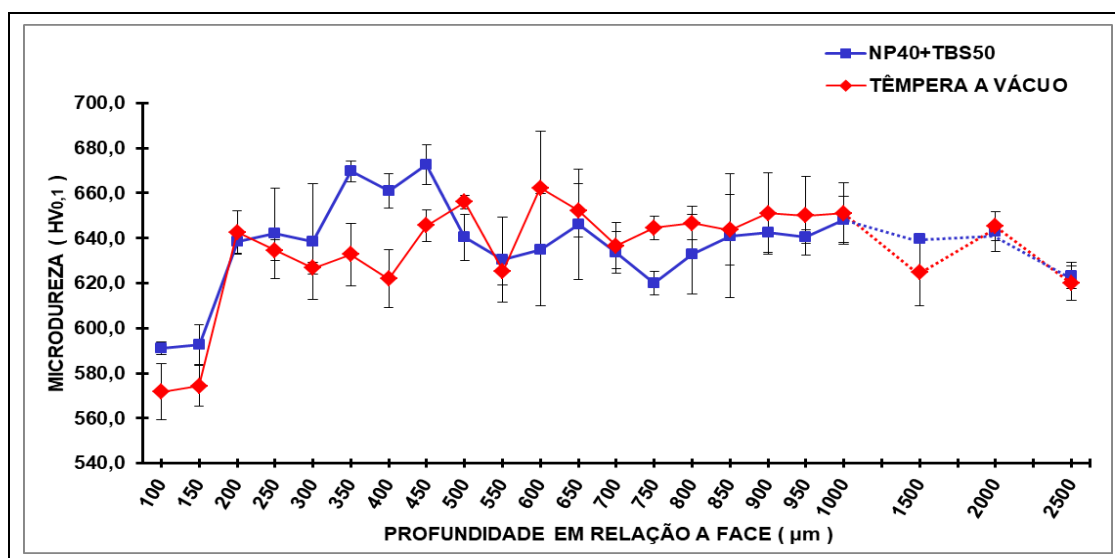
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 29:** Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NG84 + TV + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova.



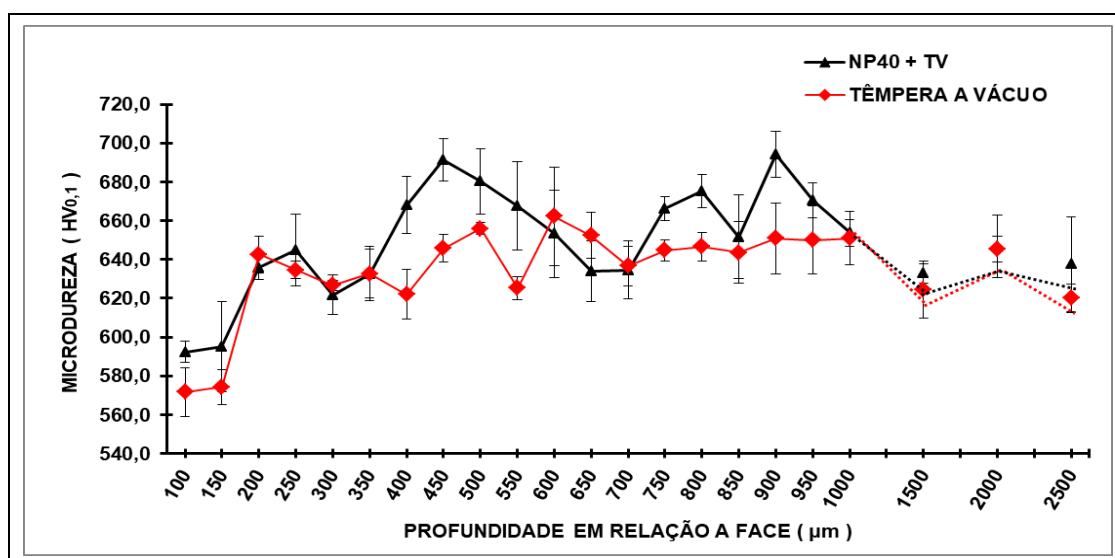
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 30:** Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NP40 + TBS50 + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova.



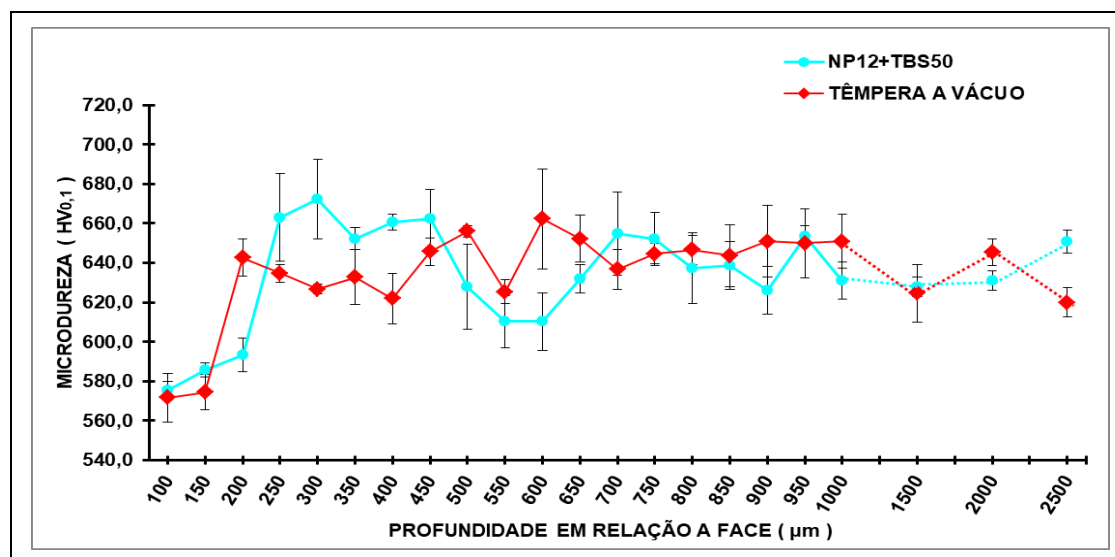
Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 31:** Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NP40 + TV + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova.



Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 32:** Distribuição de microdureza do aço AISI H13 nas condições: NP12 + TBS50 + Duplo Revenimento a 520°C / 2h e Temperado a Vácuo + Duplo Revenimento a 520°C / 2h vs. Profundidade em relação à face do corpo de prova.



Fonte: Próprio Autor

Como visto nos gráficos 16, 17.b e 18.b, nas regiões das faces transversais dos corpos de prova com adição de nitrogênio identifica-se menor porcentagem de carbono comparando-a com o aço AISI H13 apenas temperado. Mesmo com menor porcentagem de carbono até a profundidade próxima de 500 μm, após o duplo revenido a 520°C, estes corpos de prova com adição de nitrogênio exibem maior microdureza, de 10 a 30 HV<sub>0,1</sub> (considerando os pontos de maior microdureza), comparando-o com o aço AISI H13 apenas temperado e revenido (gráfico 28, 29, 30, 31 e 32).

Para esclarecer a influência do nitrogênio nas propriedades mecânicas e tribológicas, após o revenimento, seria necessário análise da distribuição de carbono e nitrogênio, da face em direção ao núcleo do corpo de prova pela técnica de WDS, análise das fases em diferentes profundidades (em relação a face) por difração de raio X e análise da microestrutura por microscopia óptica e por MEV que serão realizados em trabalhos futuros.

Contudo, para que se possa entender o efeito da adição do nitrogênio como elemento de liga no aço AISI H13 foram analisados resultados em alguns trabalhos da literatura.

---

Os efeitos benéficos do nitrogênio para promover a formação de partículas finas M(C,N) ricas em vanádio (V) favorecendo o aumento da dureza superficial e da microdureza interna (seção transversal) do aço AISI H13 nitretado, temperado e revenido podem ser discutidos em termos da entalpia de formação ( $\Delta H$ ), sendo menor o valor de  $\Delta H$  do VN em relação à VC, o que leva a formação de ligações químicas mais fortes e conseqüentemente, a um maior equilíbrio termodinâmico do VN (HONEYCOMBE; BADESHIA, 1995). A força de ligação é maior do nitrogênio com os elementos de liga, quando comparando à do carbono. O nitrogênio liga-se mais rápido com elementos de liga do aço, como Fe, V e Cr, no início do processo de revenimento, promovendo assim, aumento da nucleação de carbonetos  $M_3C$  e MC.

Segundo GU et al. (2019) a formação dos precipitados M(C,N) ricos em vanádio (V) podem ser discutidos em termos da energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ), que é muito menor para VN do que para VC. Isto indica que a força de ligação entre os átomos vanádio (V) e nitrogênio (N) é muito maior do que entre os átomos vanádio (V) e carbono (C). Como visto na análise de DRX no aço AISI H13 NG84+TBS50 (figura 66), na região da microestrutura com adição de nitrogênio formou-se carbonitreto V(C,N) e não apenas VN. Além disso, a presença do carbonitreto V(C,N) na microestrutura promove o aumento da resistência do aço por precipitação e também é eficaz no refinamento de grãos (YANG, 2016; GU et al., 2019; GU et al., 2021), isto porque durante o estágio de aquecimento no tratamento térmico de têmpera, o nitrogênio promoveu a precipitação do vanádio como V(C,N) mais fino, proporcionando um efeito mais forte na restrição do crescimento de grãos austeníticos anteriores, comparando com a ação do carboneto VC. Conseqüentemente aumenta a eficiência no refino do grão de 6 a 8 vezes em relação a VC (GU, LI e CHEN, 2017).

Em aços contendo vanádio, como elemento de liga, o aumento da porcentagem de carbono ou de nitrogênio na composição química tem influência significativa no aumento da resistência por precipitação. Aumentando-se 10 ppm de nitrogênio ou 0,01% em massa de carbono a resistência por precipitação de V(C,N) é aumentada respectivamente em mais de 6 MPa e 5 MPa (ZAJAC; LAGNEBORG; SIWECKI, 1995). Contudo, aumentando-se o tempo de revenido melhora-se o efeito do nitrogênio no endurecimento por precipitação e por refinamento dos grãos, que

---



---

respondem por cerca de 70% do limite de escoamento total do aço. (GU et al., 2021).

Com relação à formação dos precipitados com os demais elementos de liga de um aço Cr-Mo-V (com e sem adição de nitrogênio) usado na fabricação de moldes Gu et al. (2019) identificou no revenimento a 600°C do aço Cr-Mo-V (com e sem adição de nitrogênio) a nucleação de carbonetos complexos do tipo  $(Cr,Mo,V)_3C$  seguindo um tipo de rede cristalina mais semelhante ao precipitado VC do que a dos precipitados  $Mo_2C$  ou  $Cr_7C_3$ . A nucleação deste carboneto complexo pode ter ocorrido da seguinte forma: O vanádio (V) liga-se inicialmente ao carbono (C) formando um cristal CCC, em seguida o molibdênio (Mo) ou cromo (Cr) ocupa alguns dos sítios de vanádio (V) em uma rede CFC, formado-se os carbonetos complexos. Este processo ocorreu em ambos os aços (com e sem adição de nitrogênio), sendo os precipitados nucleados no aço com adição de nitrogênio enriquecidos com 2,5% de nitrogênio.

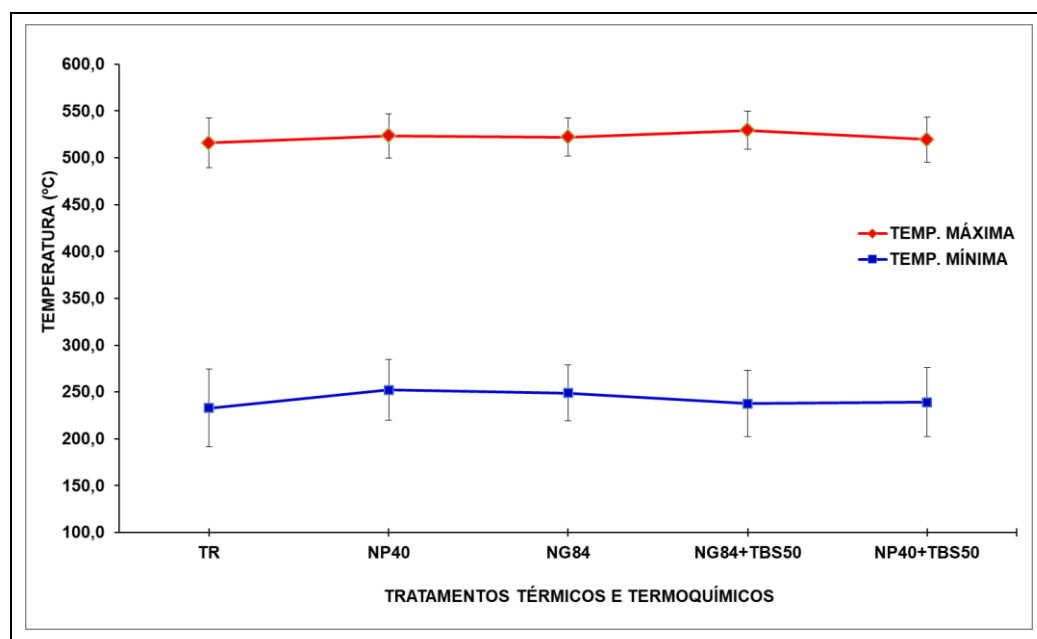
## **5.6. Ensaio de Fadiga Térmica**

### **5.6.1. Temperatura Máxima e Mínima Atingida Durante o Ensaio**

Como relatado no item 4.4.3.2, o ensaio de fadiga térmica foi realizado parametrizando os tempos de aquecimento e de resfriamento, deixando livre (em função do tempo) a variação das temperaturas (aquecimento e resfriamento). Com o auxílio do termopar tipo K, posicionado no centro do corpo de prova (figura 44) foi possível o monitoramento destas temperaturas durante os ensaios de fadiga térmica com os corpos de prova, submetidos aos diferentes tratamentos térmicos e termoquímicos, em 200, 400, 600 e 800 ciclos térmicos. O gráfico 33 mostra a média das temperaturas máximas e mínimas, com os respectivos desvios padrão, coletadas durante os ensaios.

---

**Gráfico 33:** Temperatura média máxima e mínima nos corpos de prova submetidos aos tratamentos TR, NP40, NG84, NP40+TBS50 e NP40+TBS50 durante os ciclos de clivagem térmica.



Fonte: Próprio Autor

Analisando o gráfico 33 nota-se que as temperaturas médias máximas atingidas, durante os ensaios, apresentaram pequenas variações. Usando como referência a temperatura média máxima obtida pelos corpos de prova TR, os corpos de prova NP40, NG84, NG84+TBS50 e NP40+TBS50 apresentaram um pequeno aumento de 1,48%, 1,25%, 2,63% e 0,73% respectivamente. Levando em conta a variação do desvio-padrão, podem-se considerar constantes estas temperaturas. O mesmo ocorreu com as temperaturas médias mínimas. Usando, também como referência a temperatura mínima média atingida pelos corpos de prova TR, os corpos de prova NP40, NG84, NG84+TBS50 e NP40+TBS50 tiveram um aumento de 8,27%, 6,78%, 1,96% e 2,65%, respectivamente.

Os tratamentos superficiais de nitretação (NP40 e NG84) proporcionaram menor gradiente de temperatura durante os ensaios de clivagem térmica. Levando em consideração a variação do desvio-padrão, esta pequena diferença no gradiente térmico, pode não ter influenciado na nucleação e propagação das trincas durante o ensaio de fadiga térmica. A nitretação aumenta a condutividade térmica do aço

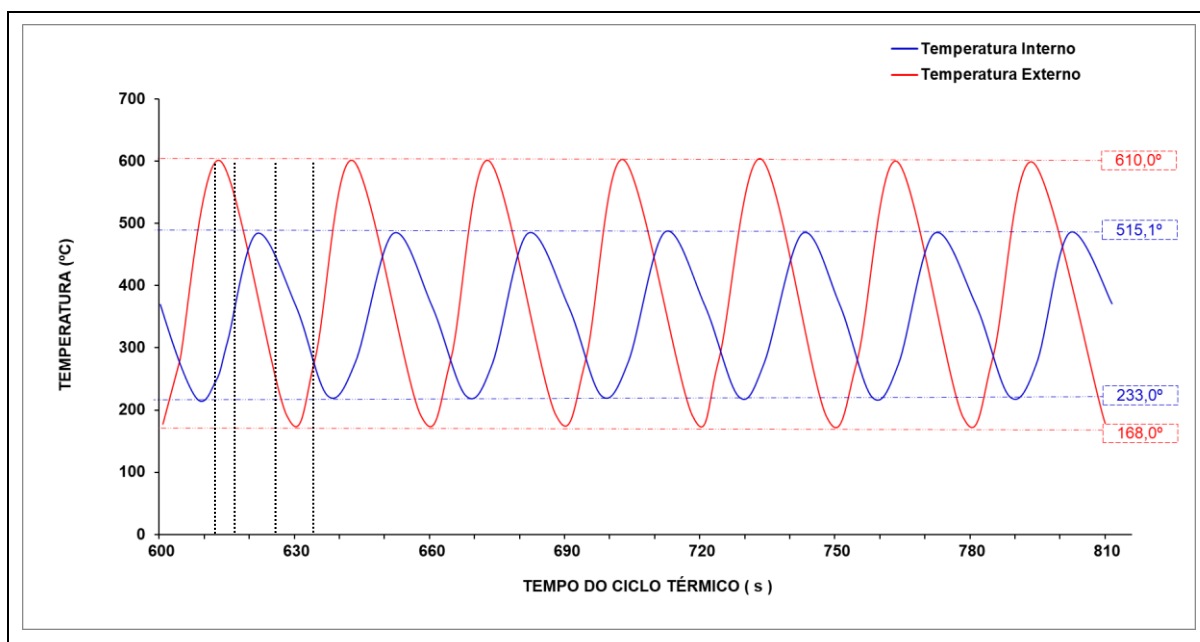
---

(ABDULHADI et al., 2016). O gradiente de temperatura é uma das variáveis da equação para o cálculo da condutividade térmica. Assim, aumentando a condutividade térmica do aço, resulta em um gradiente térmico mais baixo e, portanto, menores tensões e deformações (ABDULHADI et al., 2016). Corazza (2012) estudou o efeito do tratamento de superfície de nitretação gasosa em moldes de injeção, fabricados em aço P20. Neste estudo o pesquisador analisou a transferência de calor entre o material polimérico e o molde, por meio de ensaios de injeção e de simulação, utilizando o aplicativo Moldflow. Durante os ensaios e análises laboratoriais identificou-se o valor da condutividade térmica de 26,33 W/mK para o aço P20 sem tratamento e 28,46 W/mK para o aço P20 nitretado.

No decorrer do ensaio de clivagem térmica, notou-se que a máquina apresenta uma estabilidade no processo de aquecimento e resfriamento após dez ciclos do início do ensaio. O mesmo foi identificado por Silva Jr. (2019). Após a estabilização constatou-se uma repetitividade dos ciclos de aquecimento e resfriamento como mostrado no gráfico 34. Para elaboração deste gráfico foram coletados os dados durante o ensaio de fadiga térmica dos corpos de prova temperados e revenidos (TR). Iniciou-se os registros das temperaturas no vigésimo ciclo, a 600 segundos e finalizou-se após 7 ciclos de 30 segundos, totalizando 810 segundos. Neste intervalo de tempo tem-se a estabilidade das temperaturas máximas e mínimas.

---

**Gráfico 34:** Variação das temperaturas médias internas e externas nos corpos de prova TR durante os ciclos de clivagem térmica.



Fonte: Próprio Autor

Durante o monitoramento do ensaio observou-se que, em determinado intervalo de tempo dos ciclos de aquecimento e resfriamento, enquanto a superfície externa do corpo de prova resfriava o núcleo continuava aquecendo (devido o aquecimento do ciclo anterior) e em determinado intervalo de tempo, ocorria o inverso, superfície externa aquecendo e núcleo resfriando, conforme mostrado no gráfico 34.

Analisando o gráfico, tem-se:

- ◆ No instante inicial do gráfico, em 600 segundos, a superfície externa do corpo de prova encontra-se a 168,0°C (temperatura mínima) e o núcleo a 381,5°C. Neste instante a bobina de indução é acionada, reiniciando o aquecimento da superfície externa enquanto que o núcleo encontra-se resfriando;
- ◆ Entre 600 e 608 segundos, a superfície externa do CP aquece enquanto que o núcleo continua resfriando;
- ◆ Em 608 segundos o núcleo atinge a temperatura mínima de 233°C;
- ◆ Entre 608 e 613 segundos, todo o volume do CP está aquecendo;

- 
- ◆ Em 613 segundos a superfície externa do CP atinge a temperatura máxima de 610 °C e neste instante é acionado o sistema de refrigeração, através dos bicos injetores, sobre a superfície externa do CP;
  - ◆ Entre 613 e 622 segundos, a superfície externa do CP encontra-se resfriando enquanto que o núcleo continua no estágio de aquecimento;
  - ◆ Em 622 segundos o núcleo atinge a temperatura máxima de 515,0°C;
  - ◆ Entre 622 e 630 segundos, todo o volume do corpo de prova está resfriando;
  - ◆ Em 630 segundos a refrigeração é desligada. A superfície encontra-se na temperatura mínima de 168,0°C e reinicia-se o ciclo com o acionamento indutivo através da bobina de indução, repetindo todo o processo de aquecimento e resfriamento.

Este ensaio realizado no laboratório reflete integralmente o ocorrido durante o processo de injeção sobre pressão de uma liga não ferrosa, como alumínio e cobre, ou um termoplástico, em escala industrial. Neste caso, na etapa do processo em que o metal ou o termoplástico líquido é injetado, a cavidade da matriz aquece rapidamente (da superfície em direção ao centro). Finalizado o tempo de aquecimento, rapidamente acontece o resfriamento com a circulação do fluido refrigerante (geralmente a base de água) pelos canais no interior da matriz. Neste processo, durante a fase de aquecimento a superfície tenta se expandir colocando-a em compressão em relação ao interior da matriz, a superfície é carregada com altas tensões compressivas, sendo aumentada pela pressão provocada pela liga não ferrosa ou termoplástico injetado na matriz. A magnitude da tensão gerada na superfície da matriz é determinada pelo gradiente de temperatura e do coeficiente de expansão térmica do material da matriz. No início, a deformação da superfície ocorre dentro das capacidades elásticas do material da matriz. No entanto, se a integração do gradiente de temperatura e a expansão térmica generalizada forem altas o suficiente, a tensão de compressão desenvolvida excederá o limite elástico do material da matriz causando deformação plástica na superfície da matriz, especialmente nas arestas e cantos vivos (ABDULHADI et al., 2016). Durante a etapa de resfriamento, se a superfície esfriar mais rapidamente do que o interior da matriz, as deformações compressivas são liberadas e podem surgir altas tensões de

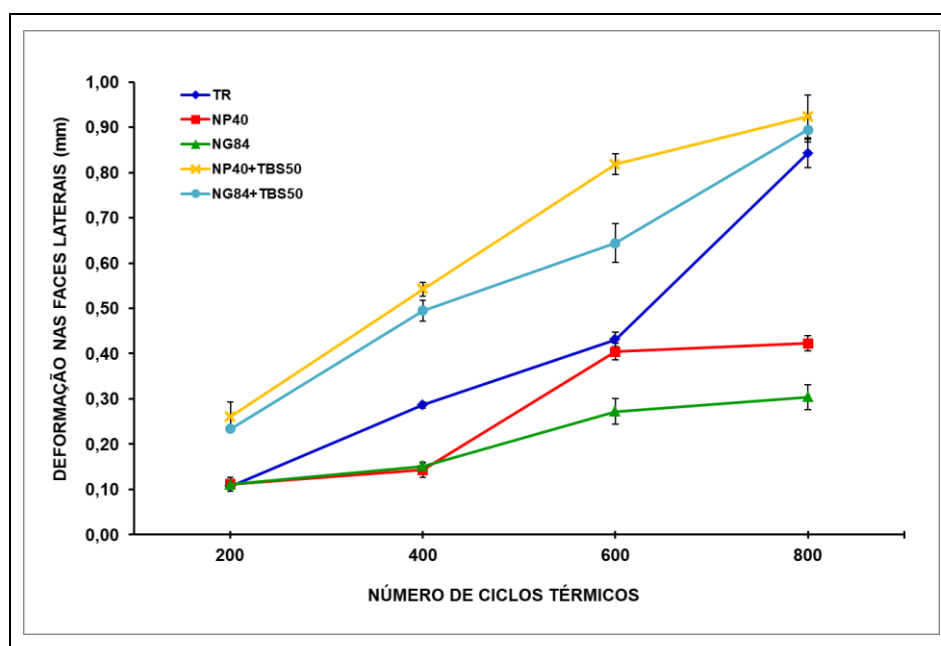
---

tração na superfície da matriz. Cargas térmicas e mecânicas produzem altas tensões locais que fazem a superfície trincar (ABDULHADI et al., 2016; KLOBCAR et al., 2012; STARLING; BRANCO, 1997). O ciclo contínuo (aquecimento e resfriamento) reduz a resistência ao escoamento da matriz, causando o aumento das tensões residuais de tração e gera nucleação e propagação de trincas (MUHIC et al., 2010).

### 5.6.2. Deformação Plástica nas Faces Laterais dos Corpos de Prova

Como relatado anteriormente, a nucleação das trincas por fadiga térmica está relacionada com a deformação plástica do material. Com isto foi analisado a deformação plástica na superfície dos corpos de prova após o ensaio de fadiga térmica. Foram medidas as planicidades das quatro faces longitudinais dos corpos de prova, afetadas termicamente. O gráfico 35 mostra a evolução da deformação nas faces dos corpos de prova em função do número de ciclos, para os diferentes tratamentos térmicos e termoquímicos aplicados. Na tabela 30 encontram-se os valores médios, com os respectivos desvios padrões e as porcentagens dos aumentos das deformações em relação ao número de ciclos.

**Gráfico 35:** Médias das deformações plásticas nas superfícies dos corpos de prova em função do número de ciclos térmicos.



Fonte: Próprio Autor

**Tabela 30:** Médias das deformações plásticas nas superfícies dos corpos de prova em função do número de ciclos térmicos.

Tratamentos	Deformação plástica nas faces dos corpos de prova				
	Nº Ciclos	200	400	600	800
TR	Média (mm)	0,107	0,286	0,431	0,842
	Des. Padrão (mm)	0,005	0,007	0,016	0,031
NP40	Média	0,112	0,143	0,404	0,422
	Des. Padrão	0,011	0,017	0,018	0,017
NG84	Média	0,120	0,151	0,272	0,304
	Des. Padrão	0,024	0,008	0,028	0,028
NP40 + TBS50	Média	0,261	0,542	0,818	0,924
	Des. Padrão	0,032	0,016	0,023	0,047
NG84 + TBS50	Média	0,234	0,495	0,644	0,895
	Des. Padrão	0,006	0,023	0,043	0,028

Fonte: Próprio Autor

Analisando os resultados demonstrados na tabela 30 e as curvas plotadas no gráfico 35, têm-se:

- Os grupos de corpos de prova apenas nitretados (NG84 e NP40) tiveram comportamentos similares em relação às deformações permanentes nas superfícies. Apresentaram mínimas deformações até 400 ciclos, tendo um aumento considerável entre 400 e 600 ciclos, permanecendo constante até o final do ensaio em 800 ciclos. Entre os dois grupos, os corpos de prova NG84 sofreram a menor deformação entre os cinco grupos analisado. Como esperado, os tratamentos termoquímicos de nitretação, aplicados à superfície dos corpos de prova, minimizaram as deformações plásticas (PENG et al., 2020; ABDULHADI et al., 2016; PENG et al., 2002). A maior espessura da camada nitretada e a presença da camada de composto, nos corpos de prova NG84, contribuíram para a menor deformação plástica ao final do ensaio (0,3040 mm em 800 ciclos), entre os cinco grupos de corpos de prova submetidos ao ensaio de clivagem térmica.

- 
- Quanto aos corpos de prova TR, em 200 ciclos, sofreram mínimas deformações, similares aos corpos de prova NG84 e NP40. Após 200 ciclos, no caso dos TR, as deformações foram progressivas até o final do ensaio a 800 ciclos, atingindo 0,8425 mm (2,80 vezes maior que os corpos de prova NG84).
  - Os grupos de corpos de prova submetidos aos tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera, NG84+TBS50 e NP40+TBS50, tiveram as maiores deformações nas faces. Ao final do primeiro estágio do ensaio, em 200 ciclos, apresentaram deformações médias de 0,2343 mm e 0,2608 mm, respectivamente. Estas deformações são 2,20 e 2,40 vezes maiores que as deformações sofridas pelos corpos de prova TR, para o mesmo número de ciclos. Após 200 ciclos, ambos sofreram deformações plásticas progressivas até o final do ensaio em 800 ciclos. As maiores deformações sucederam nos corpos de prova NP40+TBS50. É provável que a descarbonetação e o enriquecimento de nitrogênio, na região da camada nitretada, gerada após os tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera, aumentou a tenacidade dos corpos de prova, mesmo com a microdureza superficial maior que a apresentada pelos corpos de prova TR. A adição de nitrogênio na composição química do aço ajuda a aumentar a dureza de maneira semelhante ao carbono (HARA et al. 2016). No entanto, segundo Takano et al. (2000) o carbono tem efeito 2,5 vezes maior do que o nitrogênio no endurecimento da martensita temperada. A alta porcentagem de nitrogênio, com baixa porcentagem de carbono na região da camada nitretada, (gráfico 17) corroborou para a microdureza maior que os corpos de prova TR.

### **5.6.3. Oxidação nas Faces Laterais dos Corpos de Prova**

Além da deformação plástica, a oxidação da superfície do aço ferramenta facilita o crescimento e propagação das trincas nas faces do material. Isto porque, a fragilidade da camada de óxido e a diferença na expansão térmica, entre a camada de óxido e a superfície do aço ferramenta, propiciam a nucleação e propagação de trincas (KLOBCAR et al., 2012; PELLIZZARI; MOLINARI; STRAFFELINI, 2001). A água usada como meio de resfriamento durante os ensaios, aumenta a intensidade

---



---

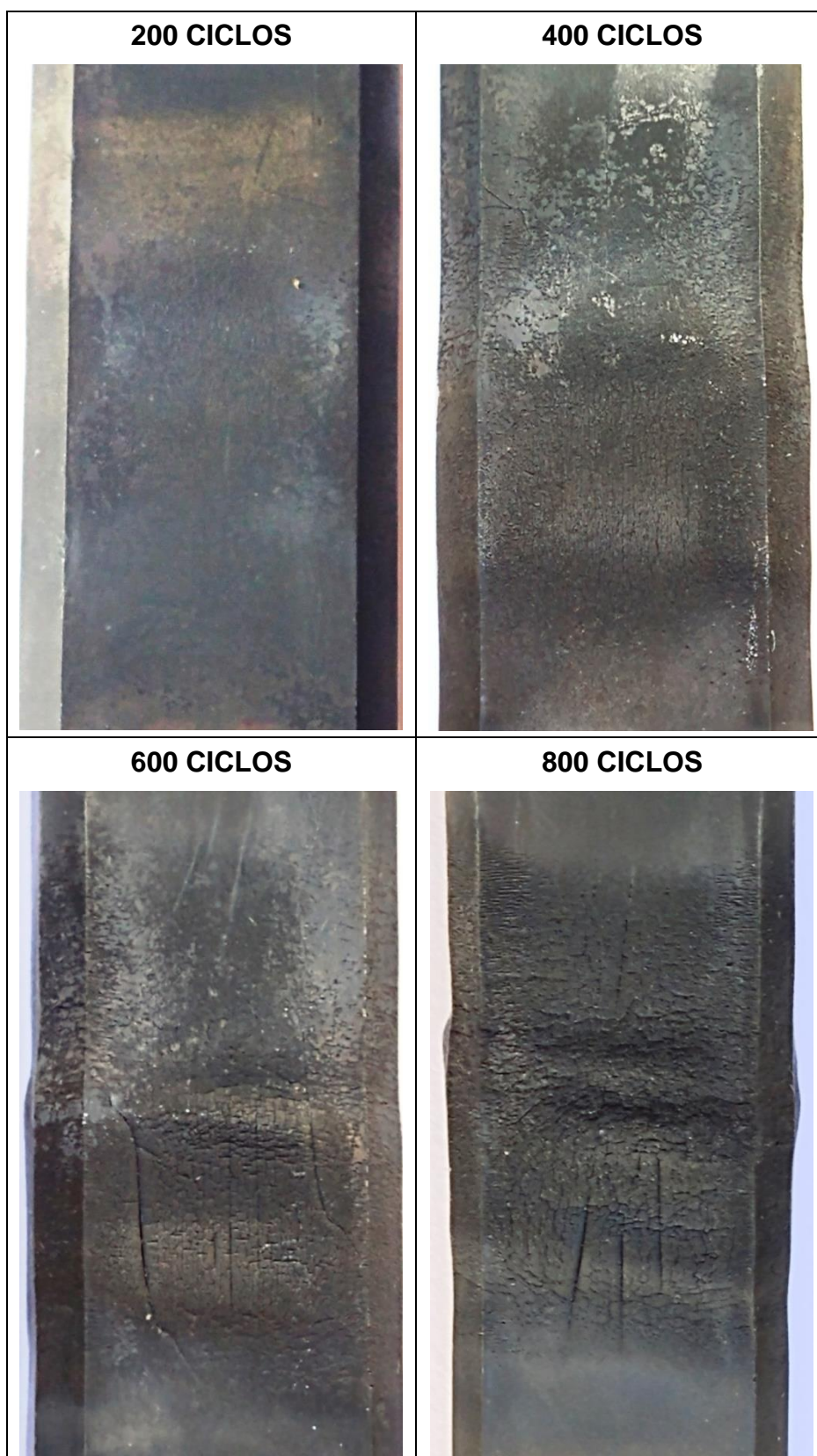
da oxidação. Isto também ocorre no processo de fundição sob pressão ou por gravidade de ligas não ferrosas e termoplásticos, que se deve principalmente à lubrificação da matriz e à exposição direta da matriz à atmosfera durante a ejeção das peças fundidas (PELLIZZARI; MOLINARI; STRAFFELINI, 2001).

As figuras 74, 75, 76, 77 e 78 mostram, além das deformações plásticas, a evolução da oxidação nas regiões afetadas termicamente nos corpos de prova nas condições TR, NG84, NP40, NG84+TBS50 e NP40+TBS50, respectivamente. Nota-se que, para os cinco tipos diferentes de tratamentos de superfície, aplicados aos corpos de prova, ao término de 200 ciclos, todos apresentam início de oxidação na superfície. A partir de 400 ciclos, os corpos de prova ficaram totalmente oxidados, aumentando gradativamente até a finalização do ensaio em 800 ciclos.

Analisando qualitativamente as imagens apresentadas na figura 74, referente ao grupo de corpos de prova TR, verifica-se que, ao término do primeiro estágio do ensaio, em 200 ciclos, a face do corpo de prova apresenta pequenas manchas de oxidação próximas à região afetada termicamente. Ao final do segundo estágio, em 400 ciclos, a região afetada termicamente está totalmente oxidada. Esta oxidação aumenta progressivamente até o final do quarto estágio do ensaio, em 800 ciclos. O aumento progressivo da oxidação da superfície dificultou a observação clara do comportamento de nucleação das trincas geradas no ensaio de fadiga térmica.

---

**Figura 74:** Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova TR.



Fonte: Próprio Autor

---

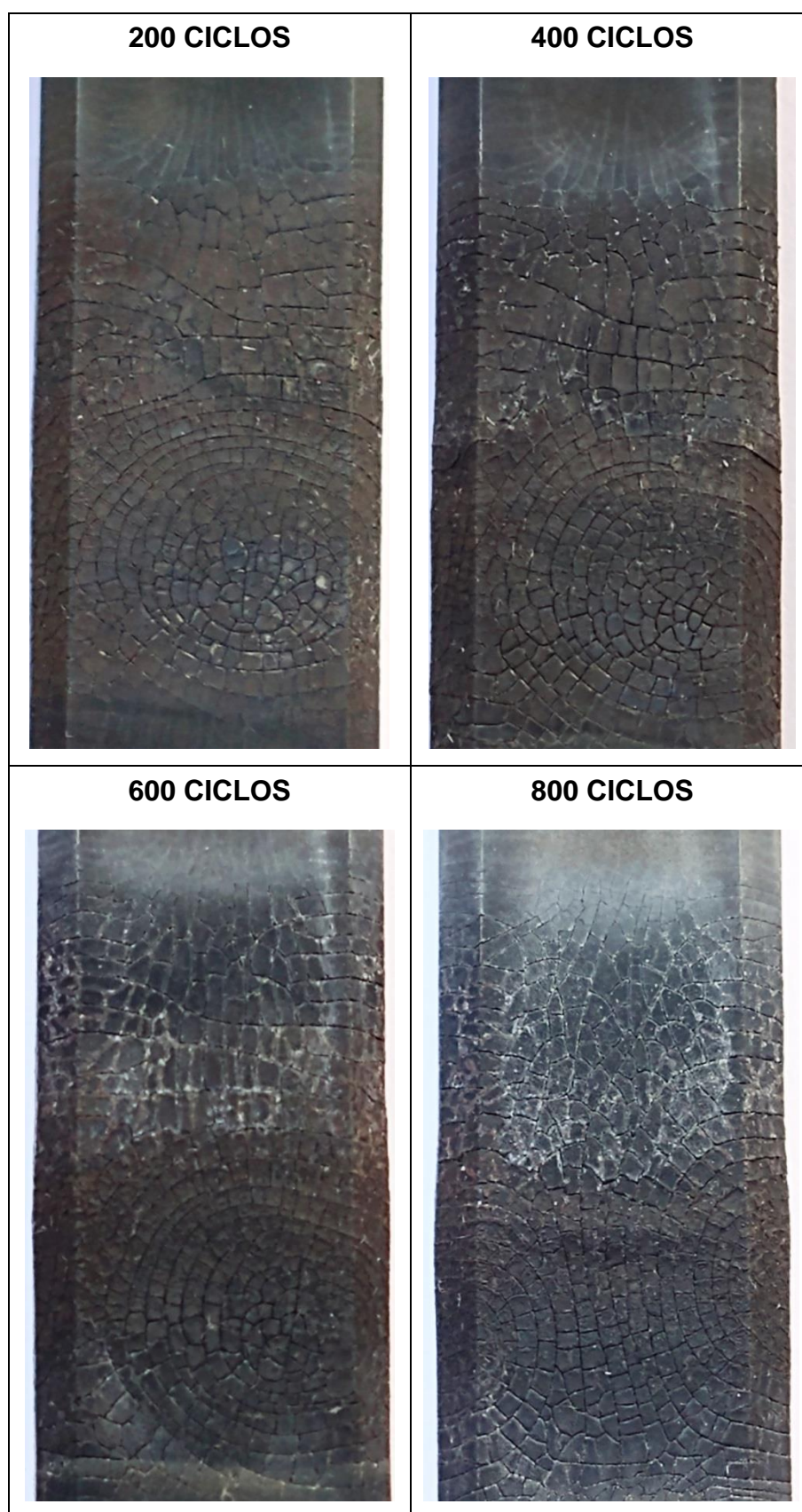
Para os dois grupos de corpos de prova apenas nitretados (NG84 e NP40), esperava-se uma melhor resistência à oxidação dada a camada nitretada.

Analisando as imagens mostradas na figura 75, referente aos corpos de prova NG84, identifica-se que, ao final do primeiro estágio do ensaio de fadiga térmica (200 ciclos), as regiões das faces afetadas termicamente evidenciam desenvolvimento prematuro de uma malha de trincas térmicas, com pequenos pontos de oxidação. Ao final do segundo estágio, em 400 ciclos, a taxa de oxidação permanece aparentemente constante. No entanto identifica-se um aumento na largura das trincas superficiais, com o aumento do número dos ciclos térmicos. A presença da camada de composto, neste grupo de corpos de prova, formadas pelas fases  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, exibe menor tenacidade à fratura comparando-a com a camada nitretada formada apenas pela camada de difusão, favorecendo a fácil nucleação de trincas devido às altas tensões internas (PELLIZZARI; MOLINARI; STRAFFELINI, 2003; LIU et al., 2019). Em 600 ciclos identifica-se o aumento da oxidação, aumentando-a até o final do ensaio, em 800 ciclos térmicos. Comparando a oxidação deste grupo de corpos de prova com os corpos de prova TR, fica evidente que a camada nitretada minimizou a oxidação superficial.

A ação da oxidação nas faces dos corpos de prova NP40 (figura 76) foi semelhante ao ocorrido com os NG84. O aumento da oxidação ocorre no terceiro estágio do ensaio, progredindo até a finalização em 800 ciclos. A ausência da camada de composto neste grupo de corpos de prova não impediu a nucleação e propagação das trincas, mas minimizou a abertura das mesmas, com o aumento dos ciclos térmicos no decorrer do ensaio.

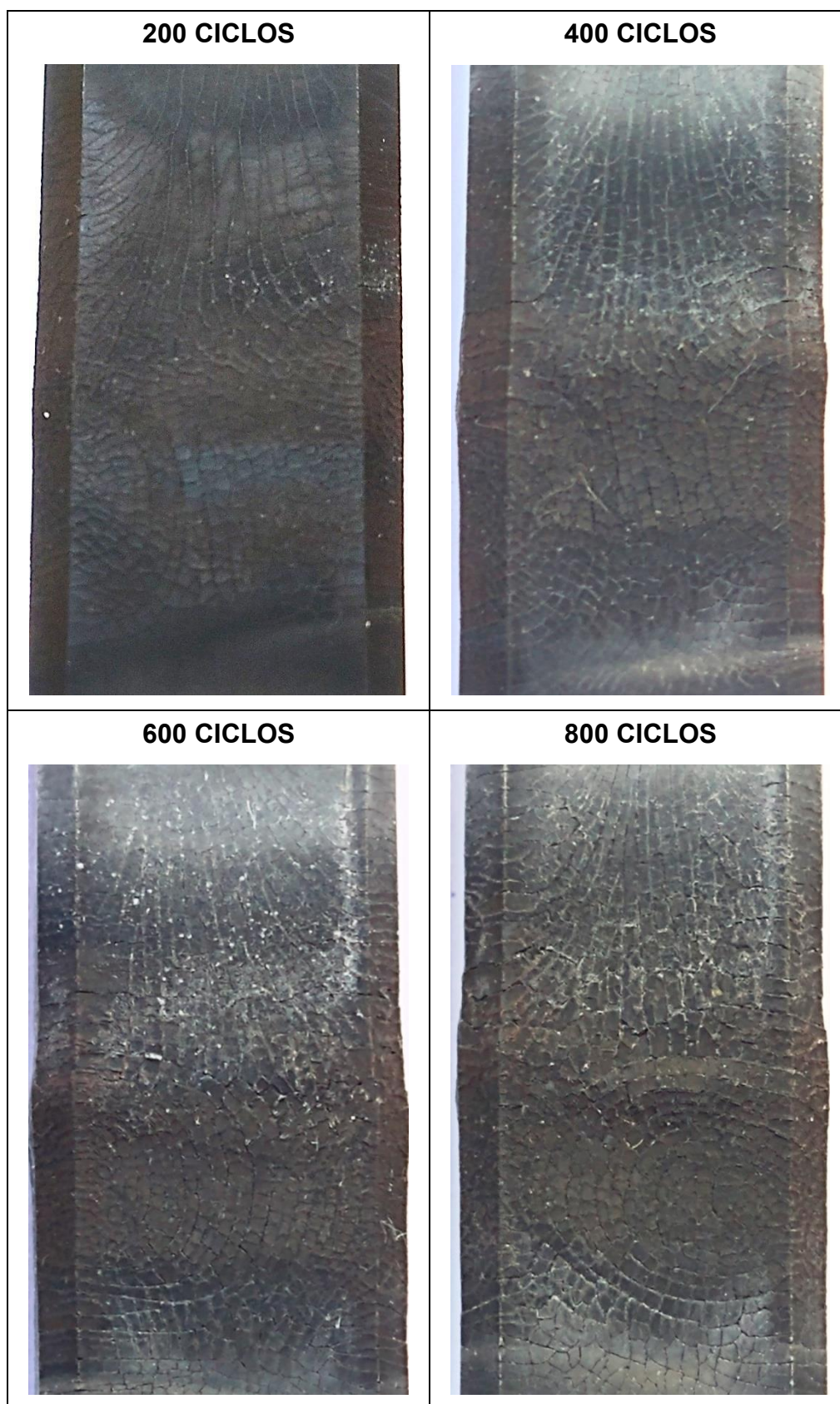
---

**Figura 75:** Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NG84.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 76:** Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NP40.



Fonte: Próprio Autor

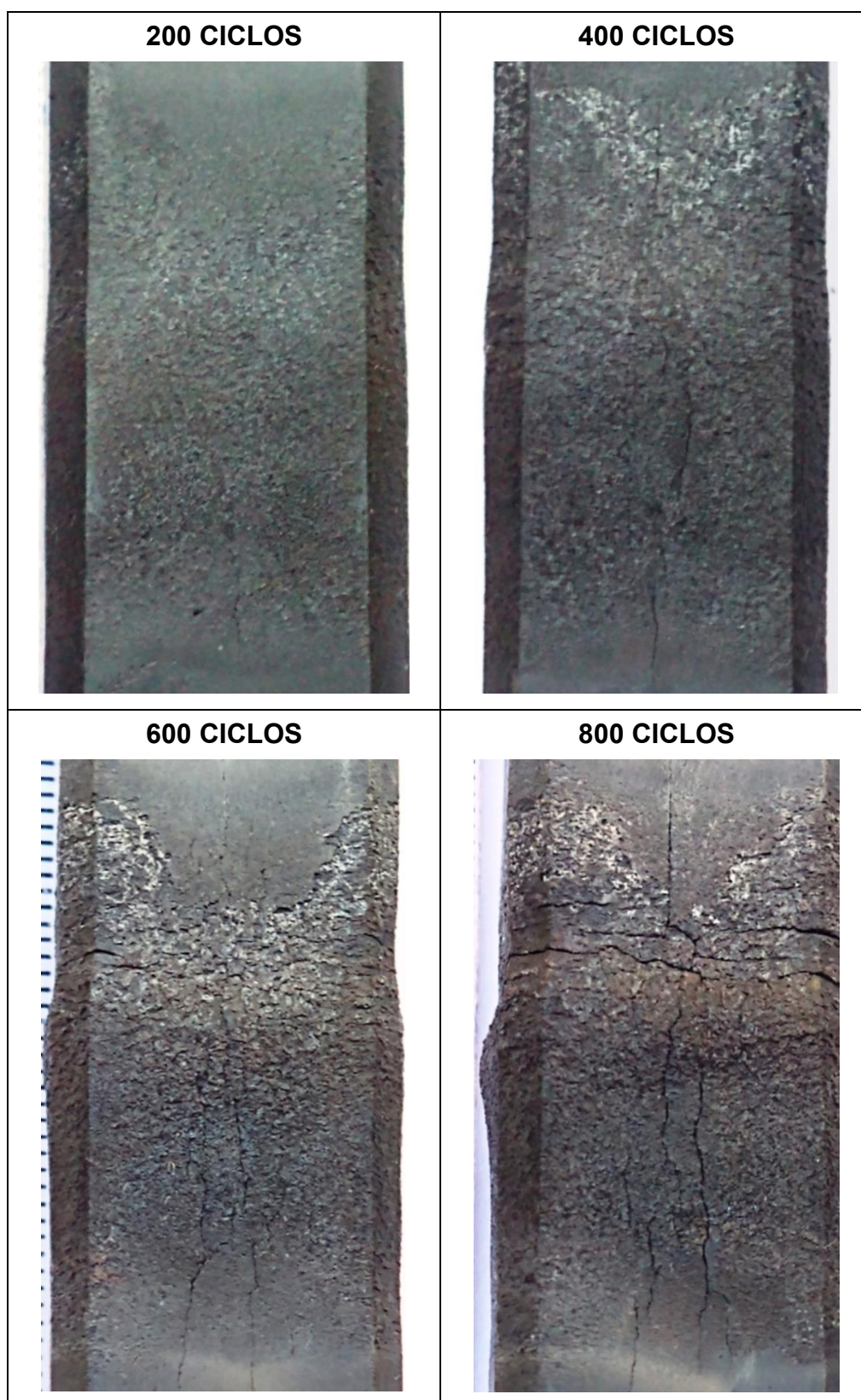
---

As figuras 77 e 78 ilustram a oxidação e a deformação plástica nos corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS50. Comparando com os três grupos analisados anteriormente, nestes dois grupos a oxidação se inicia antes do final do primeiro estágio do ensaio, em 200 ciclos, e progrediu intensamente até o final do quarto estágio, em 800 ciclos térmicos. Nota-se a nucleação de longas trincas na camada de óxidos, já ao final de 200 ciclos térmicos. O crescimento das trincas é facilitado pela oxidação gerada na superfície dos corpos de prova e pela oxidação que ocorre no interior das trincas. Segundo Klobcar et al. (2012) a presença do oxigênio no ar e a alta temperatura (aquecimento) promove a formação da camada de óxido de ferro na superfície do aço e no interior das trincas. Além disso, a camada de oxidação pode conter óxidos precipitados com os elementos de liga do aço ferramenta, como o óxido de cromo. Como já citado, a influência negativa da camada de óxido se dá pela baixa expansão térmica, maior volume e fragilidade. Esta fragilidade e a diferença na expansão térmica entre a camada de óxido e superfície do corpo de prova, somada às tensões de tração ocorridas durante a fase fria do ciclo térmico, contribuem para formação de trincas locais na camada de óxido e no preenchimento de óxidos nas trincas.

A composição química na superfície destes corpos de prova (NG84+TBS50 e NP40+TBS50), com baixa porcentagem de carbono e com a alta porcentagem de nitrogênio podem ter contribuído para a oxidação proeminente, comparando-os com os demais grupos analisados.

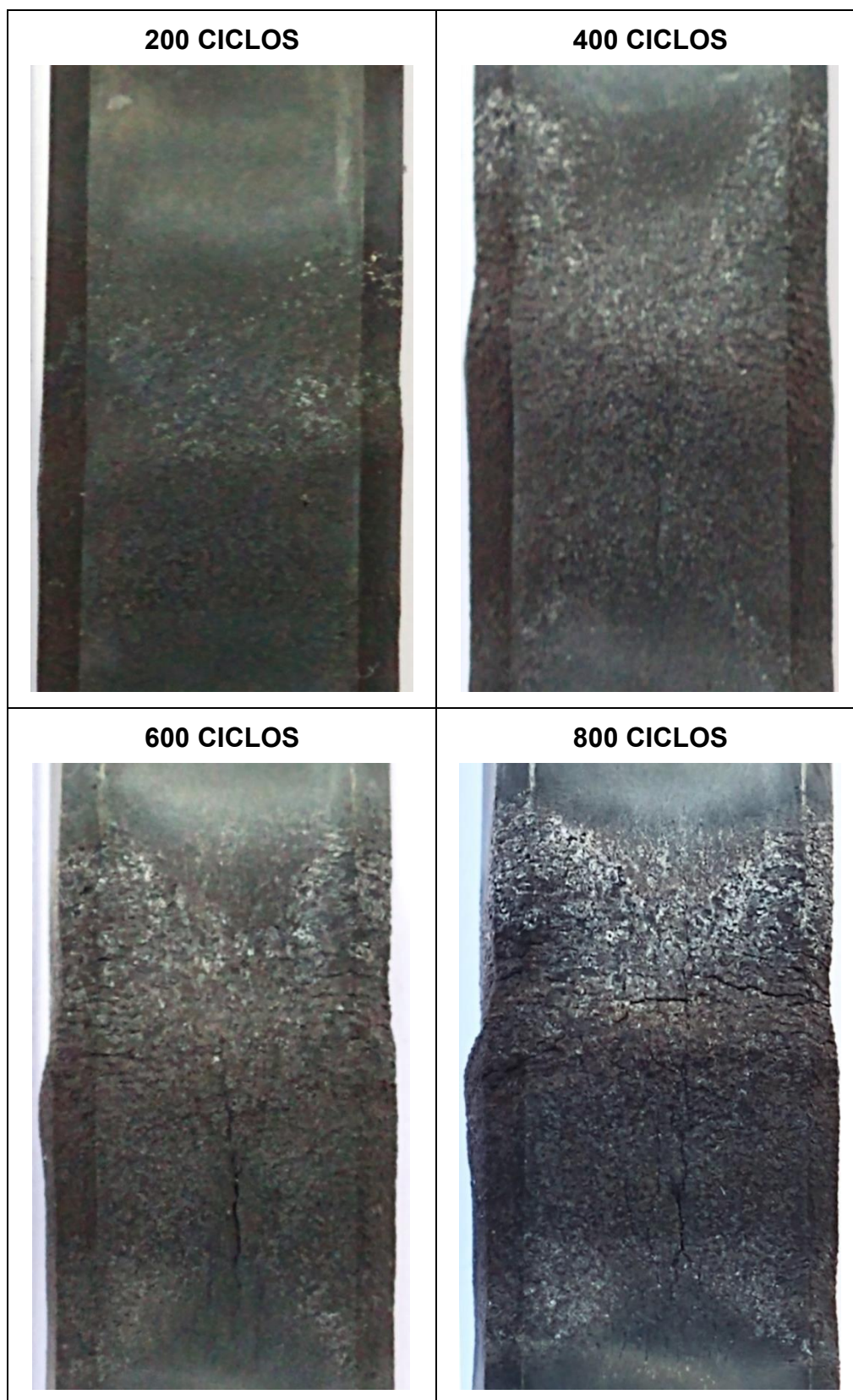
---

**Figura 77:** Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NG84+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 78:** Deformação e oxidação na face mais afetada dos corpos de prova NP40+TBS50.



Fonte: Próprio Autor



#### 5.6.4. Análise das Trincas nas Superfícies Longitudinais

As figuras 79, 80, 81, 82 e 83 ilustram as trincas macroscópicas nas superfícies dos corpos de prova. Estas superfícies são as que apresentaram o maior comprimento de trincas entre as quatro faces longitudinais dos corpos de prova. Para determinar o comprimento das trincas visíveis nas faces analisadas usou-se o *software ImageJ*. Para calcular o comprimento total de trincas sobre a face analisada, foram traçados segmentos de linhas sobre as trincas (linhas amarelas). A tabela 31 mostra o menor comprimento de trinca identificado em cada corpo de prova analisado. O menor comprimento de trinca identificado foi 0,217 mm no corpo de prova NG84+TBS50 ao final de 600 ciclos térmicos.

**Tabela 31:** Comprimento da menor trinca detectado nas faces dos corpos de prova após o ensaio de fadiga térmica.

		COMPRIMENTO DA MENOR TRINCA (mm)				
Trata- mentos Nº ciclos	TR	NG84	NP40	NG84 + TBS50	NP40 + TBS50	
	200	0,582	0,311	0,221	0,229	0,386
400	0,236	0,278	0,229	0,350	0,335	
600	0,289	0,367	0,235	0,217	0,323	
800	0,233	0,330	0,241	0,242	0,364	

Fonte: Próprio Autor

Woodford e Mowbray (1974) definiram como critério de falhas trincas com comprimentos menores que 0,125 mm em amostras submetidas à fadiga térmica. Segundo Guobin et al. (2000) é difícil determinar qual é a trinca principal quando o comprimento das trincas são menores 0,125 mm em uma amostra submetida a fadiga térmica. Relata também que, do ponto de vista da engenharia, é difícil realizar medição direta em trincas térmicas com 0,125 mm. Assim, considerando a aplicação de engenharia, 0,25 mm é definido como o comprimento inicial da trinca de fadiga térmica. No entanto, a vida útil de uma ferramenta, com relação a trincas térmicas, é definida quando se identifica trincas com comprimento de 0,25 mm. Já Parishram (2007) considerou a detecção de trincas térmicas de 0,50 mm como critério para

---

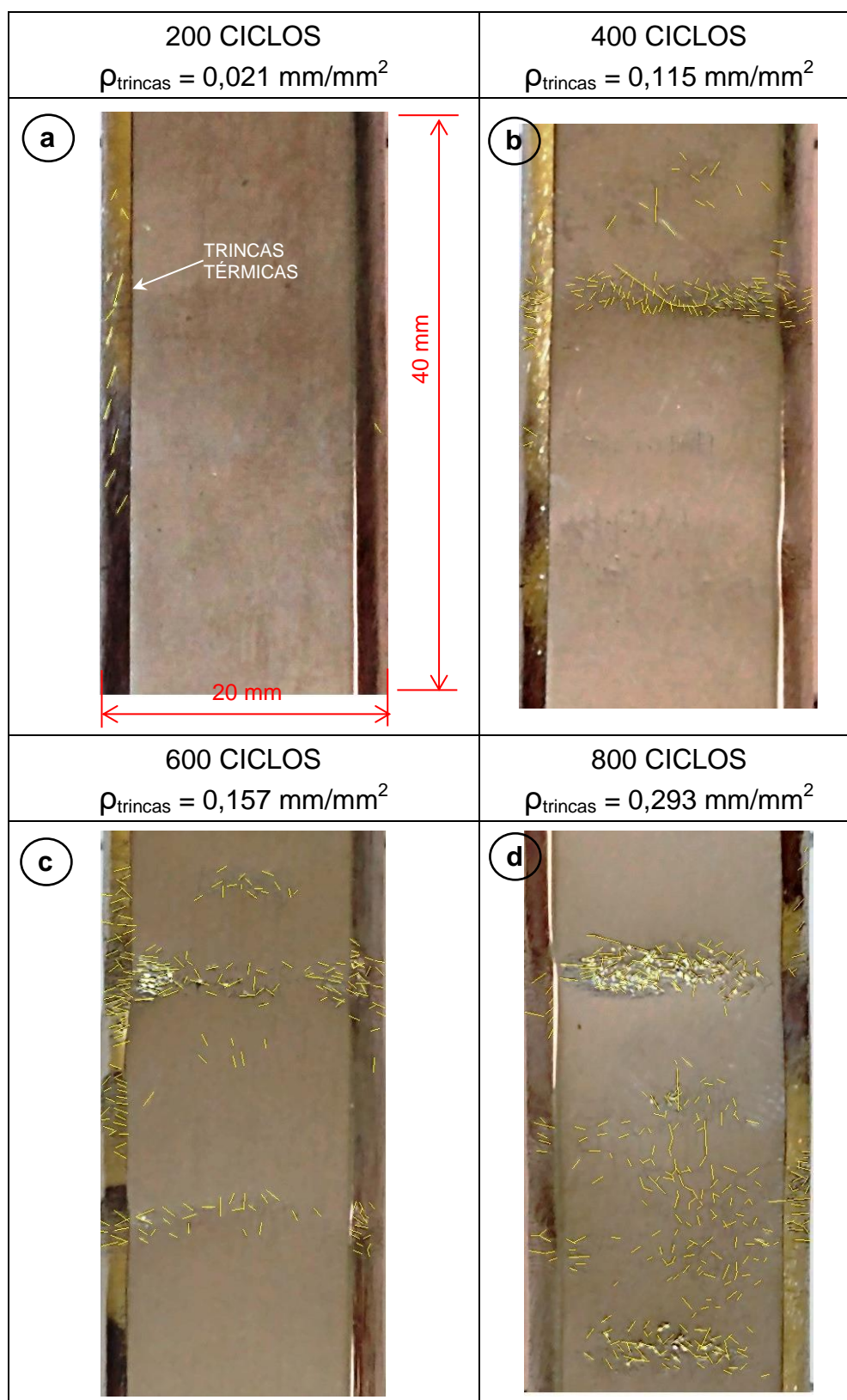
vida útil final de ferramentas quanto à fadiga térmica. Mellouli, et al. (2014) relata que não é possível detecção de trincas térmicas menores que 0,30 mm de comprimento. Com os relatos da literatura percebe-se que o menor comprimento de trinca identificado nos corpos de prova está próximo aos definidos pelos pesquisadores, apesar de não haver um senso comum entre eles.

Com o método adotado para o desenvolvimento dos ensaios de fadiga térmica neste estudo, não foi possível identificar o instante da nucleação da trinca. No entanto, definiu-se neste trabalho analisar a densidade de trincas em cada estágio (200, 400, 600 e 800 ciclos), para os diferentes tratamentos térmicos e termoquímicos aplicados aos corpos de prova. Critérios semelhantes foram adotados por Silva Jr. (2019), Persson, Hogmark e Bergstrom (2005) e Pellizzari, Molinari e Straffelini (2001).

Para o cálculo da densidade de trinca ( $\rho_{\text{trincas}}$ ) usou-se o somatório das trincas superficiais mensuradas dividindo-as pela área afetada termicamente de 800 mm<sup>2</sup> (40 x 20 mm). Os resultados estão apresentados nas figuras 79, 80, 81, 82 e 83.

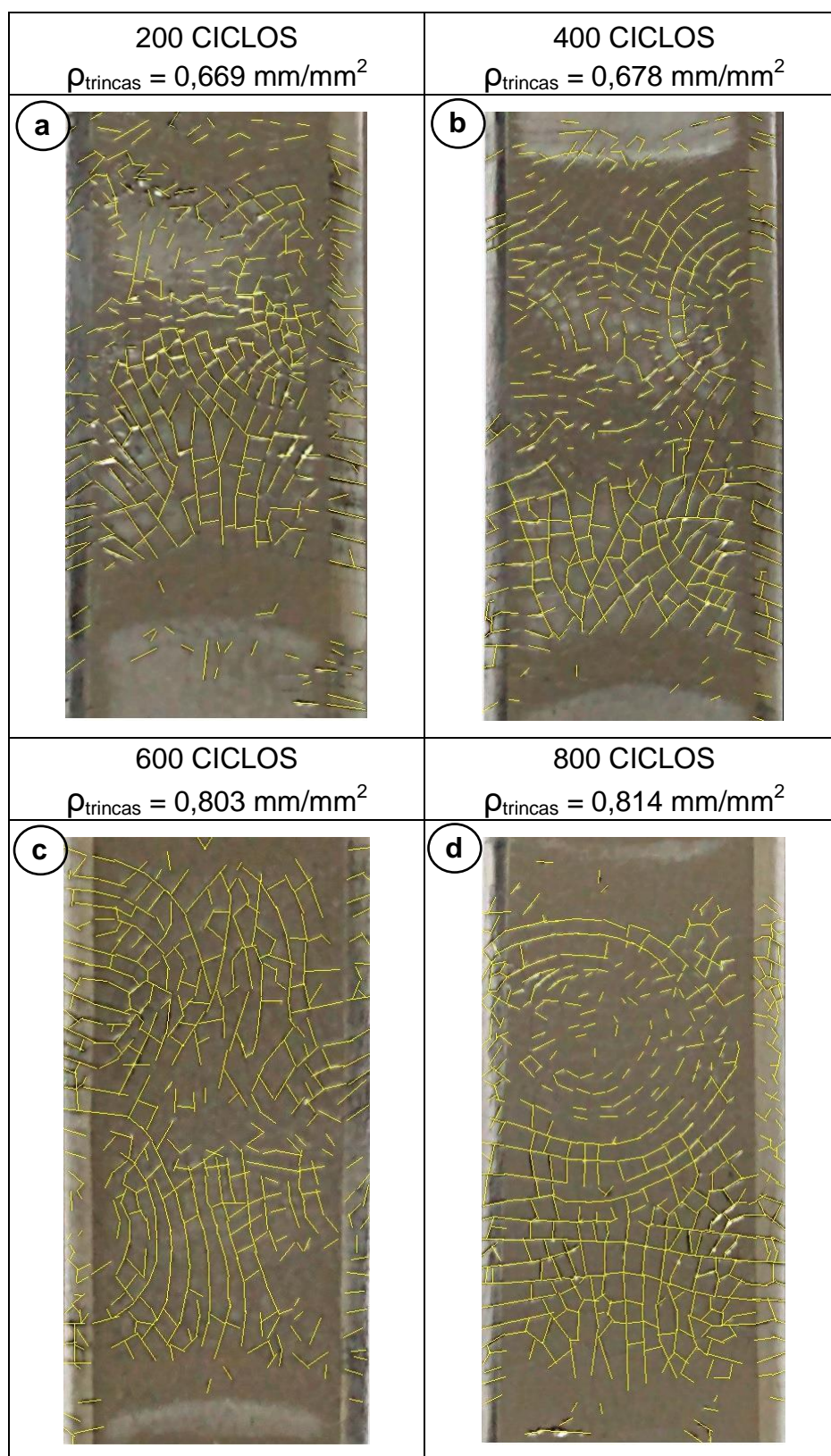
---

**Figura 79:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova TR.



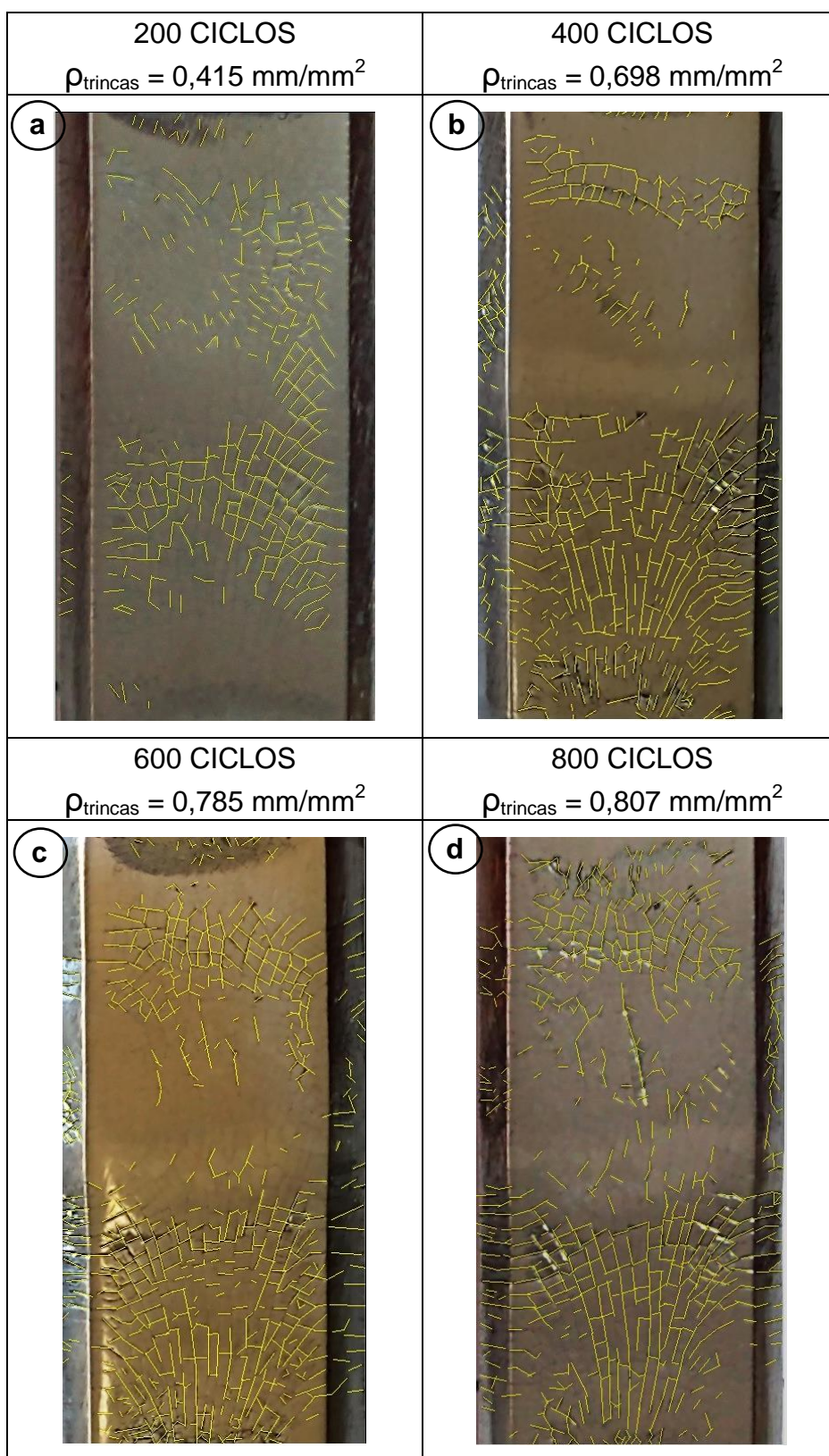
Fonte: Próprio Autor

**Figura 80:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NG84.



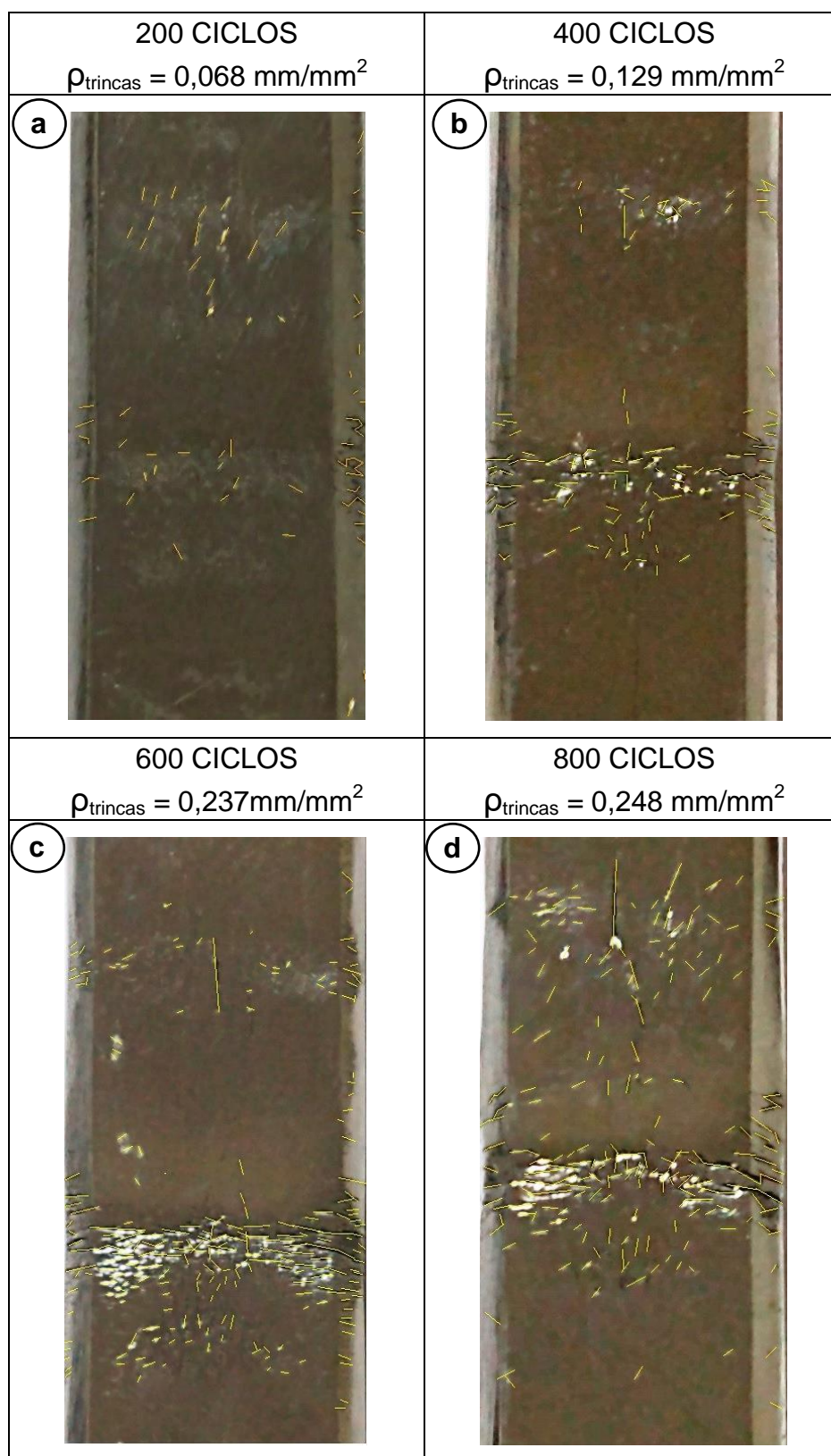
Fonte: Próprio Autor

**Figura 81:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NP40.



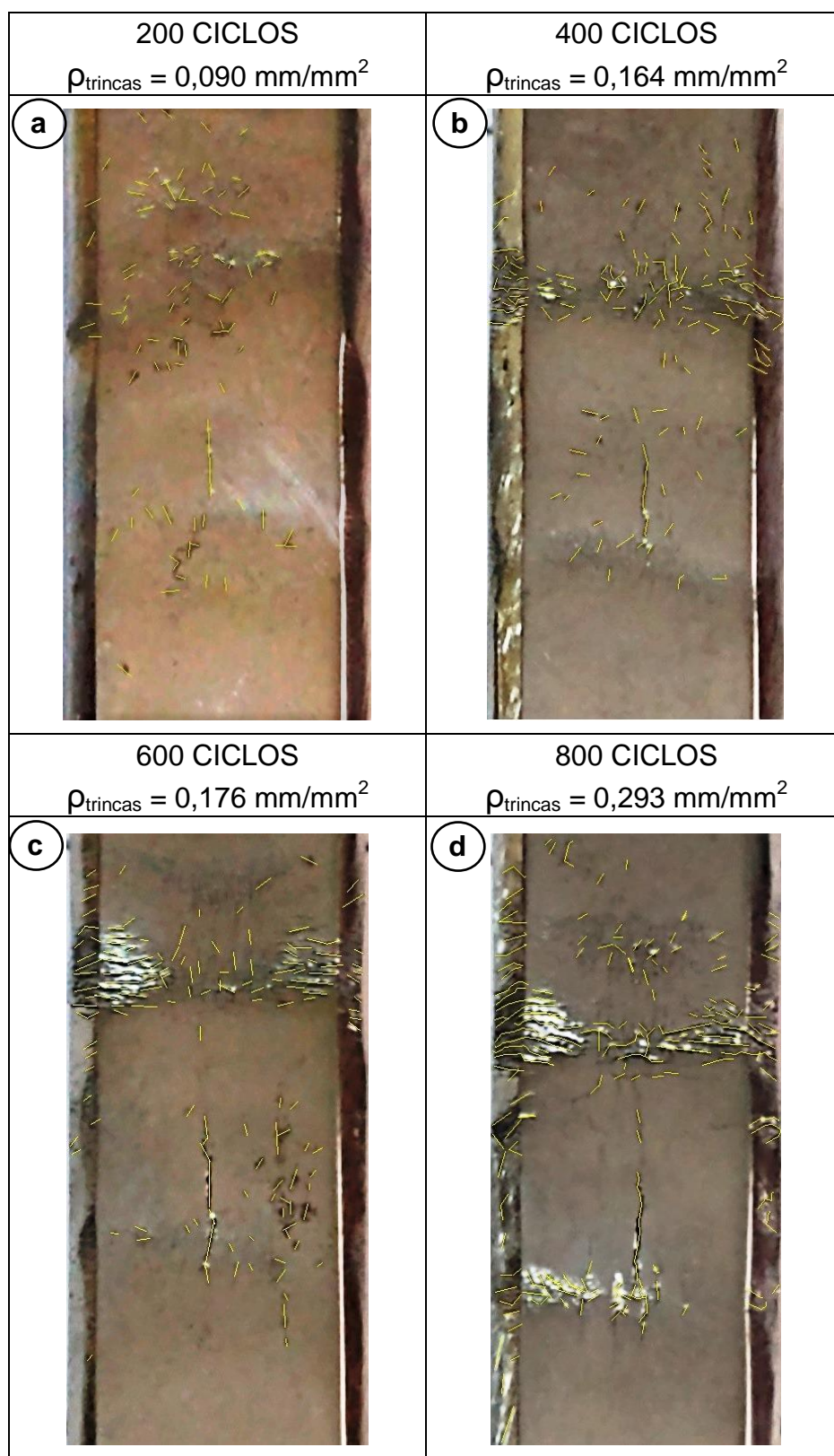
Fonte: Próprio Autor

**Figura 82:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NG84+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 83:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova NP40+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

---

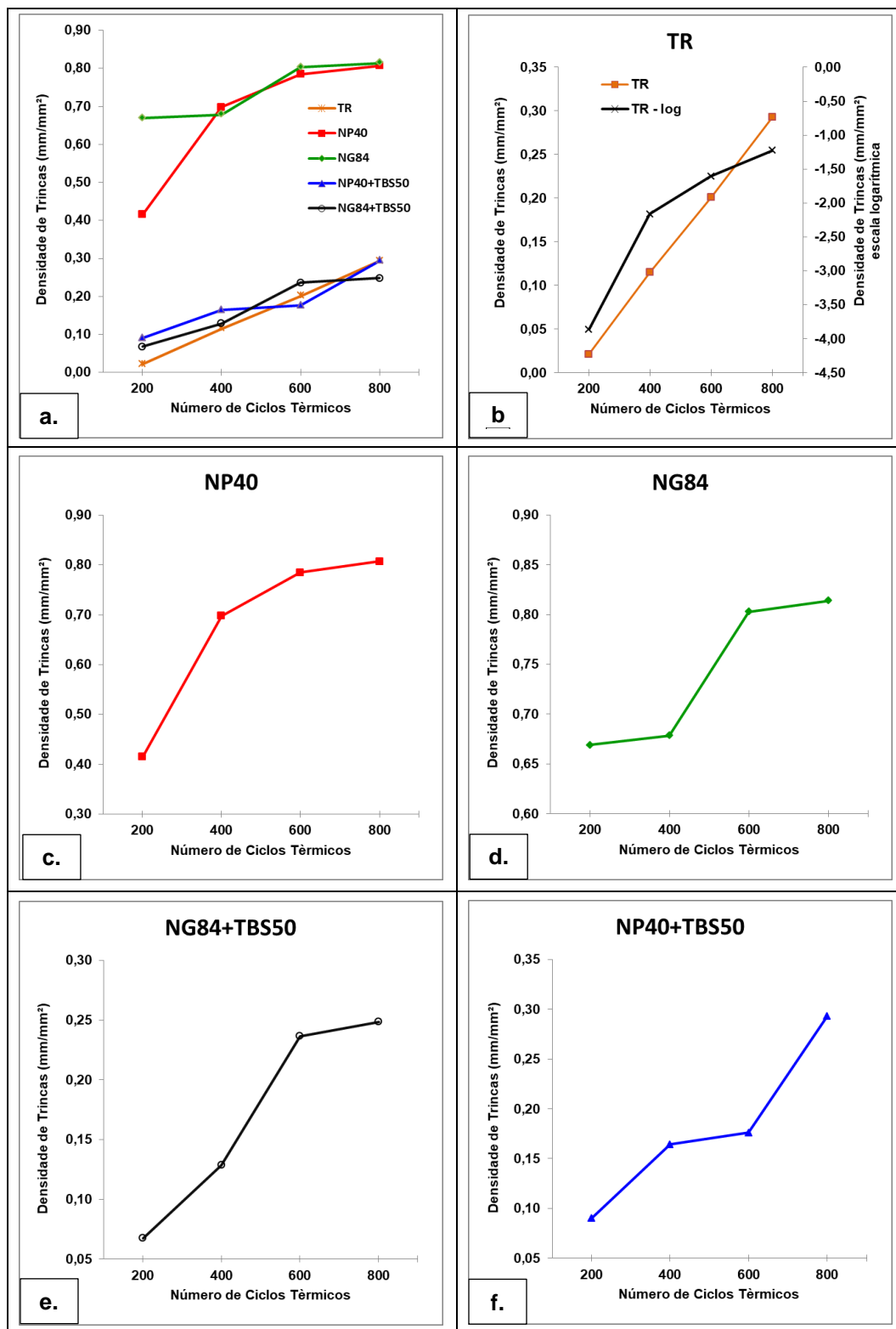
Como definido no item **4.4.3.3** os ensaios de fadiga térmica foram interrompidos regularmente e os corpos de prova foram examinados visualmente para avaliar as avarias ocorridas nas faces longitudinais (região afetada termicamente). As imagens referentes ao primeiro estágio do ensaio, a 200 ciclos, mostram a nucleação de trincas, em todos os corpos de prova. Na primeira interrupção do ensaio, após 100 ciclos, foi possível identificar pequenas trincas nos dois grupos de corpos de prova apenas nitretados (NP40 e NG84). Nos outros três grupos foram identificados trincas após 200 ciclos. Com a sistemática adotada para o desenvolvimento dos ensaios não foi possível apontar o momento exato da nucleação das trincas. É possível afirmar que as faces longitudinais dos corpos de prova NP40 e NG84 tiveram trincas térmicas nucleadas antes de 100 ciclos e os corpos de prova TR, NG84+TBS50 e NP40+TBS50 entre 100 e 200 ciclos.

A evolução da densidade de trincas em função do número de ciclos térmicos é mostrada no gráfico 36, para os cinco grupos de corpos de prova analisados. As curvas plotadas nos gráficos 36.b a 36.f assinalam que a densidade das trincas superficiais são fortemente dependentes do número de ciclos térmicos. Entretanto, esta densidade satura em um número relativamente baixo de ciclos. Comparando estes cinco gráficos, com o gráfico apresentado na figura 26 onde mostra a evolução das trincas em três fases: iniciação, propagação e saturação, identificam-se nos cinco grupos a fase de propagação das trincas possibilitando calcular a taxa de propagação das trincas  $\left(\frac{\partial \rho}{\partial N}\right)$ , como mostra os resultados na tabela 32 e no gráfico 37.

---



**Gráfico 36:** Gráficos da evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos nos corpos de prova: a.) Todos os tratamentos aplicados, b.) TR, c.) NP40, d.) NG84, e.) NG84+TBS50, f.) NP40+TBS50.



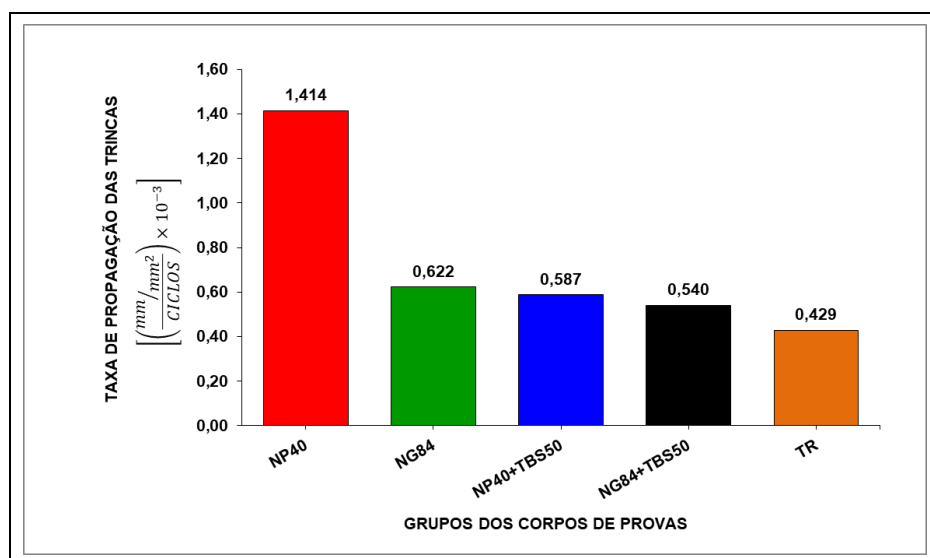
Fonte: Próprio Autor

**Tabela 32:** Taxa de propagação da densidade das trincas  $\left(\frac{\partial \rho}{\partial N}\right)$  para cada grupo de corpos de prova.

Grupo dos corpos de prova	Taxa de propagação das trincas
	$\frac{\partial \rho}{\partial N} \left( \frac{\frac{mm}{mm^2}}{N^\circ \text{ de ciclos}} \times 10^{-3} \right)$
<b>NP40</b>	1,414
<b>NG84</b>	0,622
<b>NP40+TBS50</b>	0,587
<b>NG84+TBS50</b>	0,540
<b>TR</b>	0,429

Fonte: Próprio Autor

**Gráfico 37:** Gráfico da taxa de propagação da densidade das trincas  $\left(\frac{\partial \rho}{\partial N}\right)$  vs. grupo de corpos de prova.



Fonte: Próprio Autor

#### 5.6.4.1. Análise das Trincas nos Corpos de Prova TR

A figura 79.a ilustra, ao final de 200 ciclos térmicos, a nucleação e propagação de trincas superficiais nas amostras pertencentes a este grupo. Como não foi possível identificar o instante da nucleação das primeiras trincas, sabe-se que o início da nucleação ocorreu após 100 ciclos térmicos (como relatado anteriormente).

Ao final de 200 ciclos térmicos, este grupo apresentou a menor densidade de trincas, comparando aos demais grupos. A densidade de trinca neste estágio do ensaio foi de  $\rho_{\text{trincas}} = 0,021 \text{ mm/mm}^2$  e aumentou progressivamente até atingir  $0,293 \text{ mm/mm}^2$  no final do ensaio, a 800 ciclos térmicos, como mostra a figura 79.d. O gráfico 36.b mostra o aumento progressivo da densidade de trinca com o aumento do número de ciclos térmicos. Neste gráfico plotou-se a variação da densidade de trinca na escala linear e na escala logarítmica. No gráfico em escala linear não foi possível identificar o momento em que ocorre queda na taxa de propagação da densidade de trincas, mas na escala logarítmica foi possível essa identificação. Este gráfico mostra que a fase de propagação de trincas está entre 200 e 400 ciclos, propagando-a a uma taxa de  $0,429 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm/mm}^2}{\text{N}^\circ \text{ de ciclos}}$  como ilustrado na tabela 32 e no gráfico 37. Os corpos de prova TR apresentaram a menor taxa de propagação de trincas entre os cinco grupos estudados.

#### 5.6.4.2. Análise das Trincas nos Corpos de Prova NP40 e NG84

Nos dois grupos de corpos de prova apenas nitretados (NG84 e NP40) a nucleação e propagação das trincas superficiais (faces longitudinais) surgiram antes de se atingir 100 ciclos térmicos. A iniciação e propagação de trincas em aços que passaram por tratamentos superficiais são resultados da interação de muitos fatores, como dureza do revestimento, tenacidade, tamanho de grão, tensão residual, etc (LIU et al., 2019). As imagens apresentadas nas figuras 80.a e 81.a ilustram a alta densidade de trincas, em 200 ciclos, nos corpos de prova NG84 e NP40 respectivamente. Neste estágio do ensaio os dois corpos de prova apresentaram a densidade de trinca de  $0,669 \text{ mm/mm}^2$  e  $0,415 \text{ mm/mm}^2$ , respectivamente.

Conforme ilustra o gráfico 36.d, a densidade de trincas nos corpos de prova NG84 permanece praticamente constante até 400 ciclos e entre 400 e 600 ciclos térmicos verifica-se um crescimento significativo das trincas, atingindo  $0,803 \text{ mm/mm}^2$ , com uma taxa de propagação de trincas de  $0,662 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm/mm}^2}{\text{N}^\circ \text{ de ciclos}}$ . A partir deste estágio do ensaio o gráfico apresenta a fase de saturação das trincas, chegando ao final do ensaio com a densidade  $0,814 \text{ mm/mm}^2$ .

---

Diferente do ocorrido nos corpos de prova NG84, a nucleação e propagação das trincas nos corpos de prova NP40 tiveram um crescimento significativo entre 200 e 400 ciclos, atingindo densidade de trinca de  $0,689 \text{ mm/mm}^2$  (gráfico 36.c), resultado próximo ao valor apresentado pelos corpos de prova NG84 ao final de 200 ciclos. Este grupo apresentou a maior taxa de propagação de trinca, comparado aos demais grupos, atingindo  $1,414 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm/mm}^2}{\text{N}^\circ \text{ de ciclos}}$ . Entre 400 e 600 ciclos percebe-se uma desaceleração da nucleação e propagação das trincas atingindo o estágio de saturação a partir de 600 ciclos, chegando ao final do ensaio com  $0,807 \text{ mm/mm}^2$  de densidade de trincas. Estes dois grupos apresentaram as maiores densidades de trincas ao final do ensaio em 800 ciclos, como mostrado no gráfico 36.a e nas figuras 80.d (NG84) e 81.d (NP40).

A alta densidade de trincas apresentada ao final do primeiro estágio, em 200 ciclos, nos corpos de prova NG84 pode ter sido provocada devido à presença da camada de composto na superfície nitretada, enquanto que o tratamento termoquímico NP40 não gerou camada de composto minimizando, mas não bloqueando a nucleação e propagação das trincas térmicas. A presença das fases  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$  e  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$  na camada de composto exibe menor tenacidade à fratura do que as camadas nitretada sem a camada de composto, e também, exibem uma resistência à fratura mais baixa comparando com a camada de composto formada por fase única de  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ , independentemente da sua espessura (PELLIZZARI; MOLINARI; STRAFFELINI, 2003; LIU et al., 2019). Além disso, pelo fato de se submeter os corpos de prova ao tratamento termoquímico de nitretação com longos tempos de encharque, com o objetivo de atingir grandes espessuras de camada nitretada, segundo Pellizzari, Molinari e Straffelini (2003) aumenta-se a espessura da camada de composto e nucleações de trincas ocorrem mais facilmente, porque a porosidade na camada de composto aumenta com sua espessura. Isto apoia que, uma vez nucleadas, as trincas térmicas se propagam facilmente por toda a camada composta até a interface com a camada de difusão.

---

#### 5.6.4.3. Análise das Trincas nos Corpos de Prova NG84 + TBS50 e NP40 + TBS50

O tratamento térmico de têmpera no aço AISI H3 nitretado modificou as propriedades mecânicas superficiais, principalmente a dureza. A formação das novas fases com a dissolução e/ou precipitação de nitretos, carbonetos e cabonitretos, e também a difusão adicional (redistribuição) de nitrogênio em direção ao núcleo da peça aumentou a tenacidade da nova camada nitretada, comparando com a camada nitretada não modificada pela têmpera. Isto contribuiu para os dois grupos de corpos de prova, NG84+TBS50 e NP40+TBS50, apresentarem baixa nucleação e propagação de trincas ao longo do ensaio de fadiga térmica. Ao final do primeiro estágio do ensaio, em 200 ciclos, a densidade de trinca nos corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS50 ficaram em  $0,068 \text{ mm/mm}^2$  e  $0,090 \text{ mm/mm}^2$  respectivamente, apresentando comportamentos semelhantes os corpos de prova TR. Com mostra os gráficos 36.e e 36.f, os corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS50, tiveram aumento na densidade de trincas entre 200 e 400 ciclos térmicos, com taxa de propagação de trincas de  $0,540 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm/mm}^2}{\text{N}^\circ \text{ de ciclos}}$  e  $0,587 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm/mm}^2}{\text{N}^\circ \text{ de ciclos}}$ , respectivamente. Entre o segundo e o terceiro estágio do ensaio, os dois grupos apresentaram comportamentos diferentes quanto à nucleação e propagação das trincas.

Nos corpos de prova NG84+TBS50 as trincas continuaram se formando e propagando progressivamente até atingir 600 ciclos térmicos. A partir deste estágio, iniciou-se o processo de saturação das trincas, finalizando o ensaio, a 800 ciclos, com  $0,248 \text{ mm/mm}^2$  de densidade de trinca, valor este 15% menor que o apresentado pelos corpos de prova TR. Este grupo apresentou a menor densidade de trinca, comparando aos demais grupos, ao término do ensaio de fadiga térmica.

Os corpos de prova NP40+TBS50 mantiveram constante a nucleação de novas trincas entre 400 e 600 ciclos térmicos. A partir de 600 ciclos iniciou-se uma nova formação e propagação de trincas, não atingindo o estágio de saturação das trincas, como mostra a tendência da curva apresentada no gráfico 36.f. A densidade de trinca apresentada por este grupo ao final do ensaio, ficou em  $0,293 \text{ mm/mm}^2$ .

---

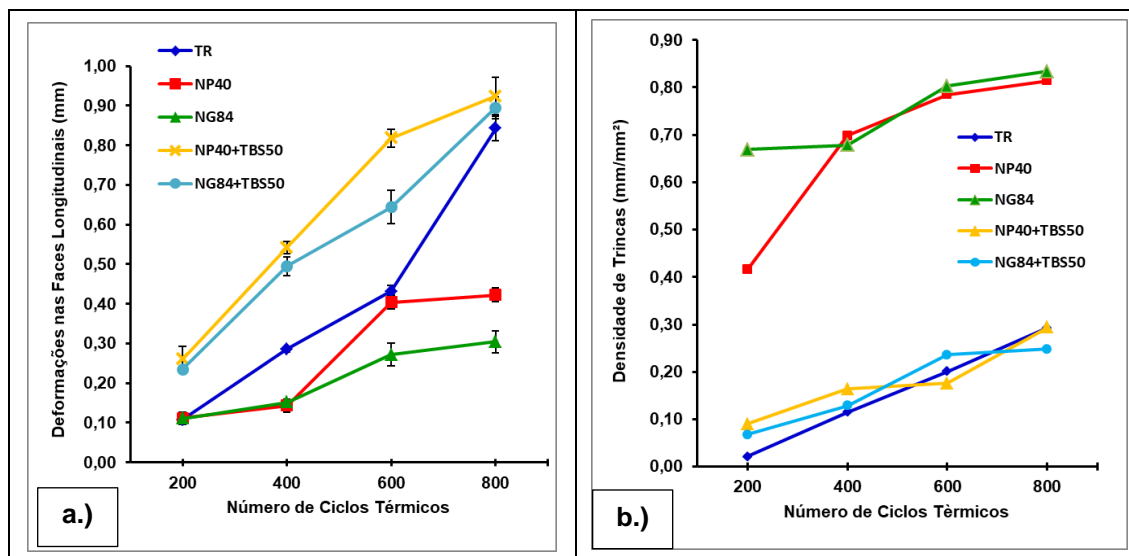
Usando como referência os resultados apresentados pelos corpos de prova TR, os corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS40 apresentaram densidade de trinca, em 200 ciclos, 3,2 e 4,3 vezes maior, respectivamente (referência  $0,021 \text{ mm/mm}^2$ ) e, ao final do ensaio, a 800 ciclos, NG84+TBS50 ficaram 15% menor enquanto, NP40+TBS50 atingiram o mesmo valor apresentado pela condição TR ( $0,293 \text{ mm/mm}^2$ ), como ilustra o gráfico 36.a.

A adição de nitrogênio na microestrutura do aço AISI H13 pelo processo de nitretação e com a difusão adicional do nitrogênio em solução sólida e precipitados como nitretos, carbonetos e carbonitretos contribuíram durante o tratamento de têmpera, para produzir grãos martensíticos mais finos. Vários fatores afetam a tenacidade do aço ferramenta e um dos fatores mais importantes é o tamanho do grão martensítico temperado. Conforme Li, Chen e Huo (2015), ao produzir grãos martensíticos mais finos, a tenacidade pode ser melhorada, pois a estrutura mais fina tem uma maior capacidade de resistir à evolução das trincas. Uma combinação desejável de dureza e tenacidade do aço, submetido à tratamentos de superfícies, desempenha um importante papel na melhoria da resistência à fadiga térmica (LIU et al., 2019).

O gráfico 38 representa a relação inversa entre dureza e tenacidade. A alta dureza superficial nos corpos de prova NG84 e NP40 garantiram as menores deformações superficiais e conseqüentemente, as maiores faixas de formação e propagação de trincas (densidades de trincas) nas superfícies afetadas termicamente. Diferente comportamento ocorreu nos corpos de prova NG84+TBS50, NP40+TBS50 e TR, nos quais a maior tenacidade e menor dureza nas superfícies longitudinais tiveram maiores deformações plásticas com menor densidade de trincas após os ensaios de fadiga térmica.

---

**Gráfico 38:** Comparativo da (a.) Deformação nas faces longitudinais vs. número de ciclos térmicos; (b.) Evolução das trincas térmicas vs. número de ciclos térmicos; nos corpos de prova TR, NP40, NG84, NP40+TBS50 e NG84+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

### 5.6.5. Análise das Trincas nas Seções Transversais

Neste trabalho enfatizou-se a análise das trincas superficiais nucleadas e propagadas nas faces dos corpos de prova durante o ensaio de fadiga térmica. Estas não só levam à deterioração da qualidade da superfície, mas também se propagam com o tempo, levando à retirada das matrizes e/ou moldes para manutenção ou descarte (MELLOULI et al., 2014; SRIVASTAVA; JOSHI; SHIVPURI, 2004). As trincas por fadiga térmica produzidas na superfície dos moldes são replicadas em suas peças fundidas causando um efeito deletério na qualidade das peças (PRICE, 2014).

A propagação das trincas em direção ao núcleo da peça (seção transversal) rendem informações adicionais quanto à capacidade dos tratamentos de superfícies impedirem a propagação das trincas até atingir o material base. As figuras 84, 85, 86, 87 e 88 ilustram a evolução das trincas térmicas na seção transversal dos corpos de prova TR, NG84, NP40, NG84+TBS50 e NP40+TBS50, respectivamente.

Analisando a figura 84, referente aos corpos de prova TR, verifica-se que o início da propagação das trincas nas seções transversais começa em 600 ciclos e ao final dos 800 ciclos térmicos tem-se um pequeno aumento. Já, nos corpos de prova apenas nitretados, a evolução das trincas é evidente já ao final dos 200 ciclos

---

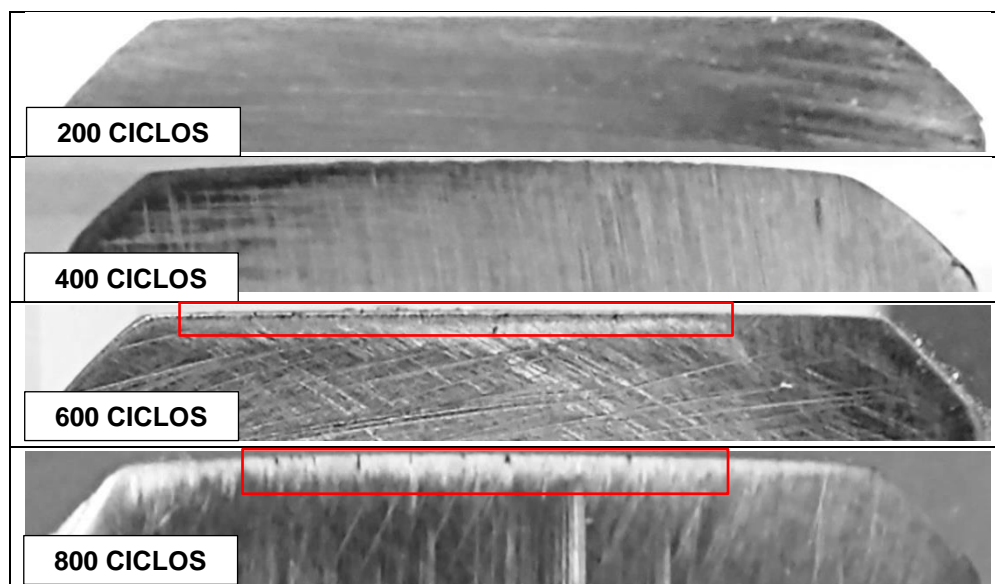
térmicos, aumentando-se progressivamente até o final dos 800 ciclos (figuras 85 e 86). Comparando a evolução das trincas entre estes dois grupos de corpos de prova, é evidente que os NG84 apresentam maior intensidade de trincas já em 200 ciclos, provavelmente ocorrido devido à presença da camada de composto na superfície nitretada (LIU et al., 2019). A partir de 600 ciclos, as figuras ilustram semelhanças na propagação das trincas em ambos grupos de corpos de prova (NG84 e NP40).

Com relação aos corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS50, a propagação das trincas nas seções transversais é evidente ao final dos 400 ciclos térmicos, como ilustram as figuras 87 e 88. Em ambos os grupos, identifica-se uma grande deformação na região afetada termicamente, com a intensa propagação de trincas. Além disso, destaca-se a nucleação de trincas internas, com tendência à propagação em direção à superfície (800 ciclos). Esta intensa deterioração da região afetada termicamente, nestes dois grupos de corpos de prova, pode ter ocorrido devido à descabonetação gerada durante o tratamento de nitretação, somado à difusão adicional de nitrogênio, em direção ao núcleo, após a têmpera depois da nitretação. Têmpera essa que também corroborou com a formação da nova camada nitretada, como relatado anteriormente. Mesmo com a distribuição da microdureza na seção transversal, com média em torno de 700 HV<sub>0,1</sub>, a difusão de nitrogênio e carbono, em solução sólida, através dos sítios intersticiais da estrutura martensítica, com a precipitação de carbonetos, nitretos e carbonitretos podem ter aumentado a tenacidade do material (GU et al., 2021; GU et al., 2019; GAVRILJUK; SHANINA; BERNS, 2008).

---

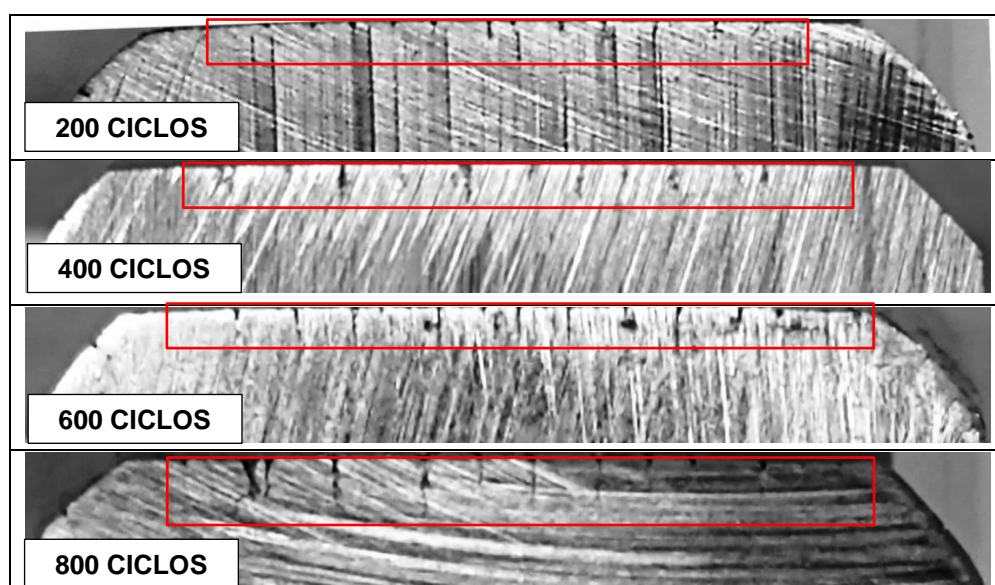


**Figura 84:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição TR.



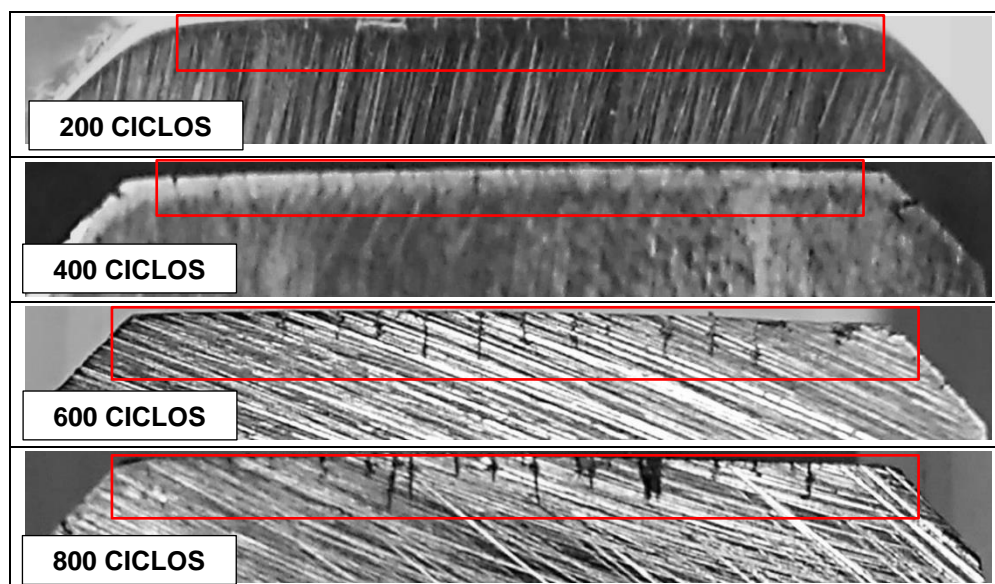
Fonte: Próprio Autor

**Figura 85:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NG84.



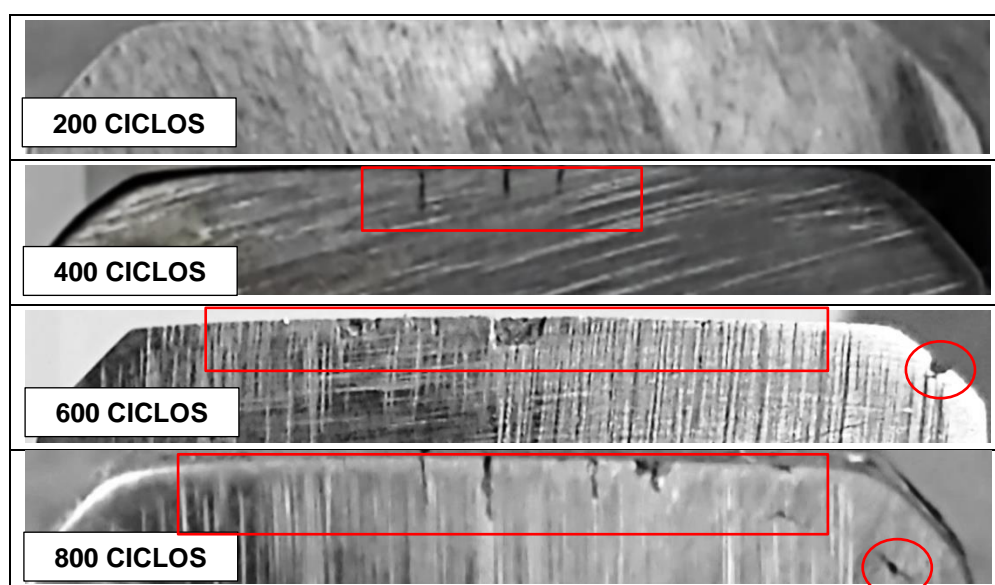
Fonte: Próprio Autor

**Figura 86:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NP40.



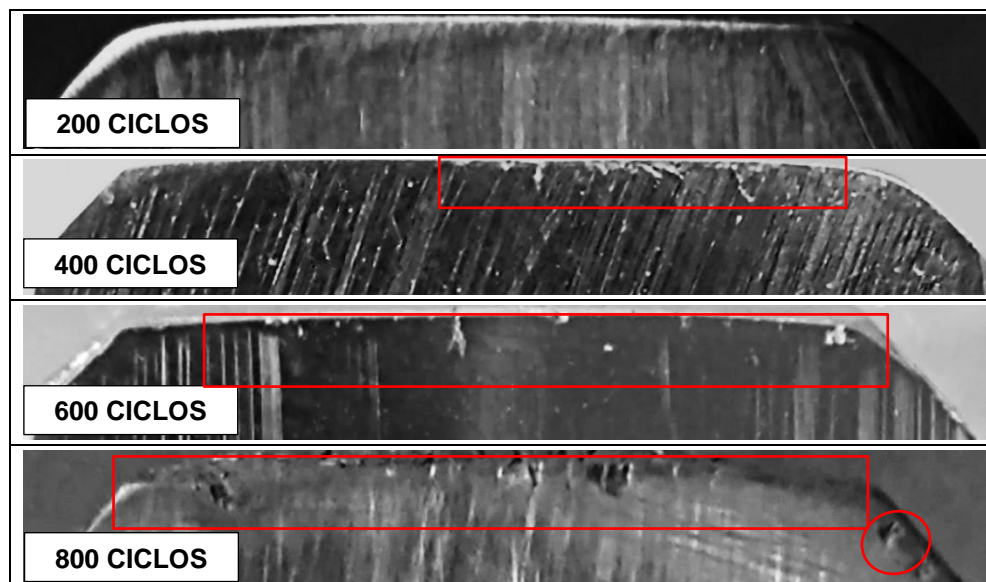
Fonte: Próprio Autor

**Figura 87:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NG84+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

**Figura 88:** Evolução das trincas térmicas em função do número de ciclos na seção transversal (região identificada pelo retângulo vermelho) dos corpos de prova na condição NP40+TBS50.



Fonte: Próprio Autor

Realizando uma análise comparativa das trincas superficiais, em cada grupo de corpos de prova, com as correspondentes evoluções destas nas seções transversais, notou-se uma correlação entre avarias geradas em cada superfície.

Analisando a evolução das trincas nos corpos de prova TR, figura 79 vs. figura 84, identificou-se a menor densidade de trinca na superfície, entre os cinco grupos, em 200 ciclos, sendo que, algumas trincas curtas começam a aumentar a espessura da fenda em 600 ciclos, como mostra o início de propagação, na seção transversal, em direção ao núcleo.

Com relação aos dois grupos de corpos de prova apenas nitretados, figura 80 vs. figura 85 e figura 81 vs. figura 86, referentes respectivamente aos corpos de prova NG84 e NP40, ambos os grupos apresentam alta densidade de trincas superficiais em 200 ciclos, sendo estas propagadas pela camada de difusão, em direção ao núcleo. O aumento da densidade de trincas na superfície reflete naturalmente no aumento da propagação das trincas na seção transversal progressivamente até o final do ensaio, em 800 ciclos.

Os dois grupos de corpos de prova submetidos aos tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera, figura 82 vs. figura 87 e figura 83 vs. figura 88,

---

respectivamente, referente aos corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS50, apresentaram evolução da densidade de trincas semelhantes aos TR, mas apresentaram as maiores deformações superficiais em 800 ciclos (gráfico 38). A evolução das trincas superficiais com as deformações plásticas nas regiões mais afetadas termicamente reflete-se na propagação das trincas na seção transversal. Nota-se que as maiores propagações de trincas na seção transversal, em direção ao núcleo, ocorreram também nestes dois grupos. Apesar da baixa densidade de trincas geradas nas superfícies no decorrer do ensaio de fadiga térmica, as trincas curtas concentraram-se em uma pequena região das faces termicamente afetadas aumentando-se a espessura das fendas e sua profundidade em direção ao núcleo do corpo de prova. Assim estes dois grupos apresentaram, ao final do ensaio de fadiga térmica, 800 ciclos térmicos: baixa propagação e densidade de trinca na superfície e alta taxa de propagação em direção ao núcleo.

#### **5.6.6. Dureza na Seção Transversal Após os Ciclos Térmicos**

Os gráficos A, B e C apresentados na figura 89 foram elaborados com os dados coletados durante as medições de dureza (HRC) nos pontos A, B e C, na seção transversal (figura 89.D), na região dos corpos de prova, afetada termicamente, após os ensaios de fadiga térmica. A alta queda de dureza foi observada após os 200 ciclos térmicos, mantendo-se a média, dentro da variação do desvio-padrão, praticamente constantes até o final do ensaio em 800 ciclos.

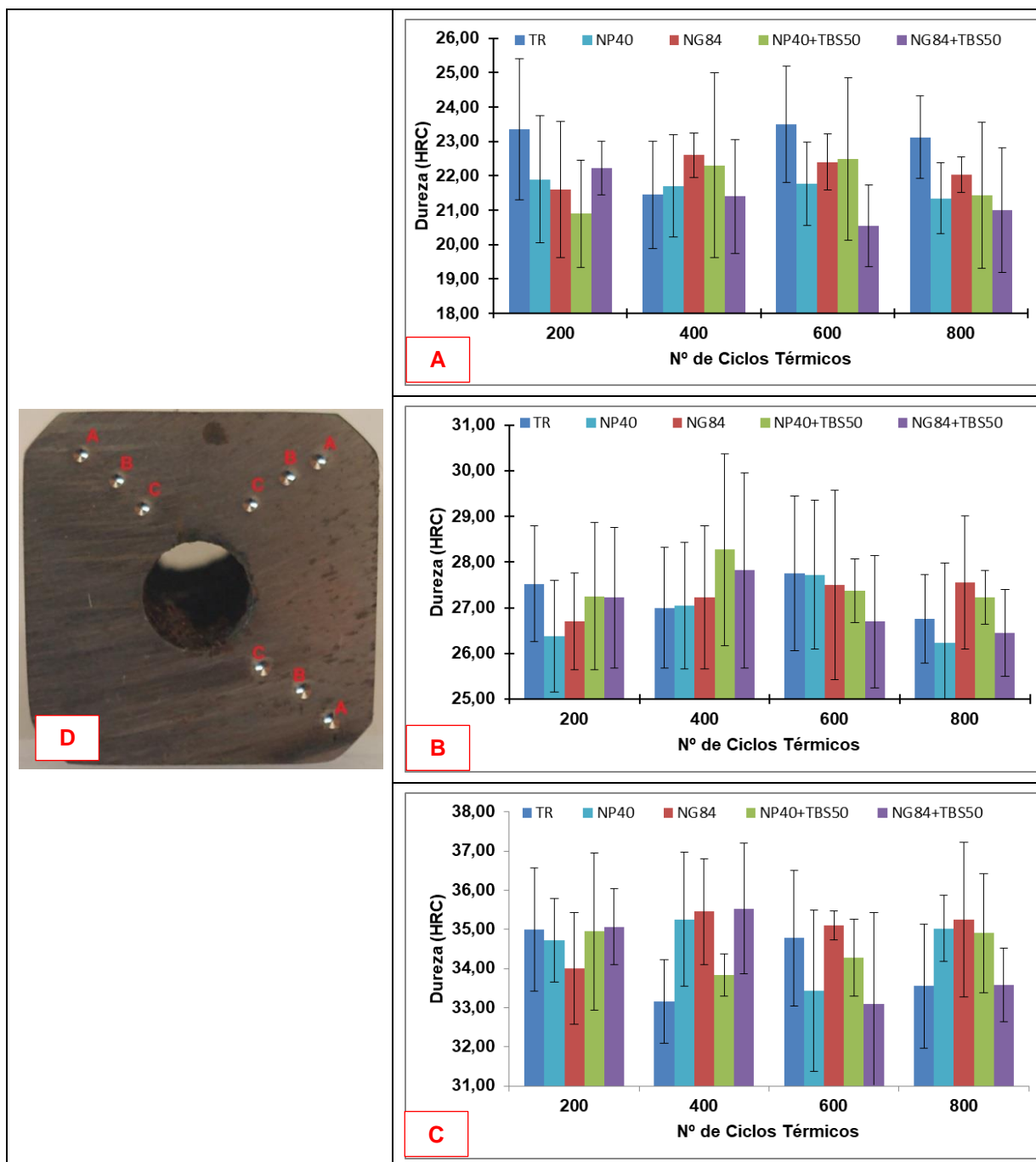
Antes dos ensaios de clivagem térmica, os corpos de prova apresentavam microdureza superficial compreendida entre:

- O grupo TR: microdureza de 520 a 590  $HV_{0,1}$ .
- Os grupos NG84 e NP40: microdureza de 950 a 1050  $HV_{0,1}$ ;
- Os grupos NG84+TBS50 e NP40+TBS50: microdureza de 590 a 700  $HV_{0,1}$ ;

Após os ensaios de clivagem térmica os cinco grupos de corpos de prova, com os diferentes tratamentos de superfície, apresentaram o mesmo comportamento quanto à queda de dureza. Nota-se que os tratamentos de nitretação e os de nitretação seguido de têmpera não impediram o amolecimento do material durante o processo de fadiga térmica.

---

**Figura 89:** Gráficos da dureza vs. nº de ciclos térmicos. Dados extraídos na seção transversal dos corpos de prova, na região afetada termicamente durante os ensaios de fadiga térmica. **A.)** medição nos pontos **A** dos corpos de prova; **B.)** medição nos pontos **B** dos corpos de prova; **C.)** medição nos pontos **C** dos corpos de prova. **D.)** seção transversal do corpo de prova usada na medição da dureza.



Fonte: Próprio Autor

---

A dureza geral médias nos pontos A, B e C mostrados na figura 89 (A, B, C e D) ficaram em aproximadamente 22,00 HRC (~250 HV), 27,20 HRC (~280 HV) e 34,50 HRC (~350 HV) respectivamente. Comparando a dureza/microdureza do ponto A (próximo a superfície) com as durezas apresentadas pelos corpos de prova antes de serem submetidos à fadiga térmica tem-se uma redução de no mínimo 51,9%, 73,7% e 57,6% para os corpos de prova TR; os apenas nitretados (NG84 e NP40) e para os nitretados seguidos de têmpera (NG84+TBS50 e NP40+TBS50), respectivamente.

Estes resultados mostraram que o tratamento superficial de nitretação a plasma (NP40) e a gás (NG84) não melhoraram o desempenho do aço AISI H13 quando submetido à fadiga térmica. Isto evidencia que os aços ferramentas para trabalho a quente nitretado também podem ser afetados pelo amolecimento do revenido provocado pela alta temperatura durante o processo de fadiga térmica (gráfico 34). Trabalhos publicados mostraram que os aços ferramentas para trabalho a quente nitretados, quando submetidos à fadiga térmica apresentam uma desnitratação, gerada pela dessorsão e/ou difusão de nitrogênio em ambas as direções (superfície e núcleo) corroborando com o amolecimento do aço (LIU et al., 2019). A estrutura martensítica temperada, na região afetada termicamente, é substituída por grãos ferríticos finos e equiaxiais, implicando em um processo de recristalização dinâmico durante o ciclo térmico. As alterações na microestrutura também podem ocorrer pelas tensões térmicas geradas na superfície do aço durante os ciclos térmicos (BIROL, 2010).

---

---

## 6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Para os diferentes tratamentos térmicos e temoquímicos estudados: têmpera a vácuo, têmpera em banho de sal, revenimento a vácuo, revenimento em forno mufla, nitretação a plasma, nitretação a gás e os tratamentos combinados de nitretação (a plasma e a gás) seguidos de têmpera (a vácuo e em banho de sal) no aço AISI H13, seguintes considerações finais foram obtidas:

- ✓ Os corpos de prova nitretados a plasma, com os parâmetros NP12, NP24 e NP40 apresentaram a camada nitretada formada apenas por camada de difusão, enquanto que, nos corpos de prova nitretados a gás, com os parâmetros NG42 e NG84, formou-se uma fina camada de compostos, com nitretos  $\epsilon$  -  $\text{Fe}_3\text{N}$  e  $\gamma'$  -  $\text{Fe}_4\text{N}$ , mais a camada de difusão;
  - ✓ O tempo de encharque na temperatura de nitretação influenciou na profundidade da camada nitretada. Quanto maior o tempo de nitretação maior a profundidade da camada nitretada. Isto ocorreu para os dois tipos de nitretação, a plasma e a gás;
  - ✓ Para as cinco condições de nitretação estudadas, identificou-se a presença de nitrogênio na camada nitretada através do aumento da massa do corpo de prova adquirida após a nitretação. O aumento da massa dos corpos de prova NP12, NP24, NP40, NG42 e NG84 foram, respectivamente  $1,261 \times 10^{-3}$  g,  $1,985 \times 10^{-3}$  g,  $3,334 \times 10^{-3}$  g,  $3,619 \times 10^{-3}$  g e  $9,765 \times 10^{-3}$  g. Este aumento de massa corresponde, respectivamente a, 0,9401%, 0,9931%, 1,3412%, 1,5572% e 2,8347%. Para os corpos de prova NP12 e NG84 mediu-se também, a porcentagem de nitrogênio, ao longo da camada nitretada, usando-se a técnica de WDS. Os valores médios encontrados foram, respectivamente, 3,78% em 160  $\mu\text{m}$  de camada nitretada e 3,48% em 420  $\mu\text{m}$ . Comparando os valores da porcentagem de nitrogênio medido por pesagem com a balança analítica e comparando-o a medição por WDS, verificou-se que os corpos de prova nitretados a gás, a porcentagem de nitrogênio medido por WDS é 22,7% maior que o medido por pesagem na balança analítica. Já para os corpos de prova nitretado a plasma não possibilitou comparar a duas técnicas de medição, isto porque o tratamento de nitretação a plasma gera uma perda de massa no aço por pulverização catódica, removendo
-

---

átomos superficiais, com o bombardeamento de íons sobre a superfície do corpo de prova;

- ✓ Em todas as condições de tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera, teve-se a difusão adicional de nitrogênio, em direção ao núcleo e perdas de nitrogênio para a atmosfera nitretante;
  - ✓ Nos corpos de prova nas condições NP12+TBS10 e NP12+TV identificou-se nitrogênio até as profundidades de 270  $\mu\text{m}$  e 390  $\mu\text{m}$  respectivamente. Assim a profundidade da camada nitretada aumentou-se 68,8% e 143,8% respectivamente. Para estas duas condições de tratamentos combinados, identificou-se o aumento da camada nitretada, mas a perda de nitrogênio durante o processo de têmpera foi de 91,23% e 90,39%, respectivamente. Isto indica que a espessura da camada nitretada interferiu na porcentagem de nitrogênio presente na microestrutura do aço nitretado após a têmpera;
  - ✓ Nos corpos de prova nas condições NG84+TBS10, NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV, teve-se uma grande difusão de nitrogênio, aumentando a camada nitretada de 420  $\mu\text{m}$  (NG84) para 540  $\mu\text{m}$ , 540  $\mu\text{m}$ , 660  $\mu\text{m}$  e 600  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Além disto, a porcentagem de nitrogênio presente na camada nitretada ficou em 70,94%, 77,07%, 86,83% e 77,79% respectivamente. Isto indica que uma maior camada nitretada contribuiu para a grande difusão de nitrogênio em direção ao núcleo, com menor perda para o meio nitretante, como ocorreu na condição NP12+TBS10 e NP12+TV;
  - ✓ Para todas as condições do tratamento de têmpera, realizado após a nitretação, obteve-se menor dureza superficial e um pequeno aumento na dureza do núcleo. Após temperar os corpos de prova NP12, a redução média da microdureza na região da camada nitretada (até 160  $\mu\text{m}$ ) foi de 42% e o aumento da microdureza na região do material base foi de 20%. Já, após temperar os corpos de NG84, a redução média da microdureza na região da camada nitretada (420  $\mu\text{m}$ ) foi de 33% e o aumento na região do núcleo foi de 22,5%. Levando em consideração as análises realizadas nos corpos de prova NG84+TBS50, as reduções da microdureza, nas regiões da camada nitretada, ocorreram devido à modificação da camada de composto (com a presença de nitretos  $\epsilon$ -  $\text{Fe}_3\text{N}$  e  $\gamma'$ -  $\text{Fe}_4\text{N}$ ) e da camada de difusão, formando uma camada nitretada modificada, com maior profundidade e novas fases, com a dissolução
-



---

dos nitretos  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N e  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N e precipitação, com menor intensidade, de novos nitretos, carbonetos, cabonitretos, formação de martensita e austenita retida como evidenciado por DRX;

- ✓ A nitretação gerou descarbonetação na região da camada nitretada com o acúmulo de carbono ao final da camada de difusão. Por WDS identificou nos corpos de prova NG84, até a profundidade de 300  $\mu$ m, a média da %C de 0,159% com desvio-padrão de 0,092%. Após esta profundidade inicia-se a região com o aumento na concentração de carbono, com pico na %C de 0,831% em 330  $\mu$ m. Este aumento considerável na %C mantém-se até a profundidade de 750  $\mu$ m. A média da %C nesta faixa de profundidade ficou em 0,559% com desvio-padrão de 0,160%. Após 700  $\mu$ m inicia-se a queda na %C voltando ao valor especificado para o aço AISI H13, em torno de 0,40%C;
  - ✓ Os corpos de prova submetidos ao tratamento combinado de nitretação seguido de têmpera mantém a região da camada nitretada com baixa porcentagem de carbono e a difusão adicional do nitrogênio, ocorrida após a têmpera, desloca em direção ao núcleo, a região com acúmulo de carbono ao final da nova camada nitretada. Nos corpos de prova NG84+TBS20, NG84+TBS50 e NG84+TV verificou-se o acúmulo de carbono a partir da profundidade de 480  $\mu$ m. Assim, esta combinação de tratamentos de superfícies aumenta a região, com menor porcentagem de carbono, em 180  $\mu$ m;
  - ✓ Realizando o revenimento, nas temperaturas 420°, 460°, 480°, 500°, 520°, 540°, 560°, 600° e 650°C, no aço AISI H13 nas condições TR, NP12+TBS50, NG84+TBS50, NG84+TV, NP40+TBS50 e NP40+TV, plotou-se as curvas de revenido e identificou-se o pico de endurecimento secundário em 520°C. Usando como referência a curva de revenido do aço na condição TR (isento de nitrogênio), identificou-se que a presença de nitrogênio, na microestrutura, aumentou a dureza superficial dos aços. Na temperatura de revenido de 520°C, o aumento da dureza foi de no mínimo 1,18 HRC (NG84+TV) e no máximo de 1,57 HRC (NG84+TBS50). O aço H13 na condição NP12+TBS50 apresentou a curva de revenido semelhante ao aço na condição TR, isto porque, estes corpos de prova apresentaram baixa porcentagem de nitrogênio na microestrutura, mostrando que a presença do nitrogênio como elemento de liga no aço gera aumento na dureza superficial;
-

- 
- ✓ Analisando a microdureza, na seção transversal dos corpos de prova (da face até 2500  $\mu\text{m}$ ) revenidos a 520°C mostrou-se que, os corpos de prova com adição de nitrogênio e menor porcentagem de carbono, até a profundidade próxima de 500  $\mu\text{m}$ , exibiram maior microdureza, de 10 a 30  $\text{HV}_{0,1}$  (considerando os pontos de maior microdureza), comparando-o com o aço AISI H13 temperado e revenido. Para completar esta análise seria necessária análise da microestrutura, gradiente de nitrogênio e carbono nesta seção transversal do corpo de prova que será realizado em trabalhos futuros;
  - ✓ Os parâmetros usados nos ensaios de fadiga térmica possibilitaram a produção de trincas térmicas nas superfícies longitudinais dos corpos de prova podendo ser observadas e analisadas visualmente;
  - ✓ Os corpos de prova NG84+TBS50 e NP40+TBS50 apresentaram as maiores deformações plásticas na região afetada termicamente. Em consequência disto, tiveram as menores densidades de trincas ao longo dos ensaios de fadiga térmica. Oposto do ocorrido com os dois grupos de corpos de prova apenas nitretados tendo baixas deformações plásticas e altas densidades de trincas;
  - ✓ Os corpos de prova TR apresentaram as menores taxas de propagação de trinca ao longo dos ciclos térmicos  $\left(0,429 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mm}/\text{mm}^2}{\text{N}^\circ \text{ de ciclos}}\right)$ , e também as menores propagações de trincas em direção ao núcleo da peça (seção transversal). A visualização das trincas na seção transversal foi possível após 600 ciclos de clivagem térmica.
  - ✓ As regiões das faces dos corpos de prova, afetada termicamente no ensaio de clivagem térmica, apresentaram uma redução significativa na dureza, superficial e interna, ao final do ensaio, após 800 ciclos térmicos. Os corpos de prova apenas nitretados tiveram as maiores reduções de dureza, em torno de 74%. Esta redução de dureza mostra que nitretação a plasma (NP40) e a gás (NG84) não melhoram o desempenho do aço AISI H13 nitretado quando submetido á fadiga térmica.
-

---

## 7. CONCLUSÕES

Dentro das condições experimentais utilizadas neste trabalho pode-se tecer as conclusões a seguir:

- I. O tratamento térmico de têmpera pós-nitretação tem melhor desempenho para grandes espessuras de camada nitretada. Para a espessura de 160  $\mu\text{m}$ , obtida pelo processo NP12, apenas 8,77% do nitrogênio presente na camada nitretada difundiram-se em direção ao núcleo do corpo de prova após o tratamento NP12+TBS10. Já no processo NG84, com espessura de 420  $\mu\text{m}$ , 88,83% do nitrogênio difundiram-se em direção ao núcleo após o tratamento NG84+TBS50. Resultados semelhantes foram obtidos após os tratamentos NG84+TBS20, NG84+TBS10 e NG84+TV. Estes quatro tratamentos combinados de nitretação seguido de têmpera promoveram alterações na microestrutura da camada nitretada. Estas alterações promoveram transformações de fases, difusão e solubilização do nitrogênio com redução da microdureza da camada nitretada, em torno de 34%, comparando com a camada nitretada gerada pelo tratamento NG84. O tratamento NG84+TBS50 promoveu a maior camada nitretada atingindo espessura de 660  $\mu\text{m}$ .
  - II. Os tratamentos de têmpera pós-nitretação no aço AISI H13 trouxeram a transformação da camada de compostos que era formada pelos nitretos  $\epsilon$ - $\text{Fe}_3\text{N}$ ,  $\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$ , CrN e  $\text{Cr}_2\text{N}$ , em uma camada com maior espessura, composta de nitretos, carbonitretos, carbonetos, martensita e austenita retida.
  - III. A nitretação gerou descarbonetação na região da camada nitretada, com redução na porcentagem de carbono de aproximadamente 45%. Esta descarbonetação é provocada pela difusão de nitrogênio, empurrando o carbono em direção ao núcleo. Assim, tem-se um acúmulo de carbono ao final da camada nitretada. A difusão adicional de nitrogênio, proporcionada pelo tratamento de têmpera pós-nitretação, aumentou a espessura da camada nitretada e conseqüentemente foi também aumentada a profundidade da região descarbonetada, mantendo-se a redução da porcentagem de carbono em aproximadamente 45% e o acúmulo de carbono ao final da nova camada nitretada. O aumento da espessura da região descarbonetada foi proporcional ao aumento da camada nitretada.
-

- 
- IV. Comparando-se a curva de revenido, dos corpos de prova submetidos aos tratamentos de têmpera pós-nitretação com a dos corpos de prova temperados e revenidos, verificou-se a presença do pico de endurecimento secundário na mesma temperatura de revenido. A presença de nitrogênio na microestrutura gerou um aumento na dureza superficial em torno de 3% (medição realizada na temperatura de endurecimento secundário).
  - V. Em função de não se ter ainda, um protocolo de ensaio de fadiga térmica, no equipamento usado neste trabalho, os parâmetros adotados foram eficazes para gerar trincas térmicas, nas superfícies dos corpos de prova, possibilitando analisá-las a olho nu.
  - VI. Os corpos de prova submetidos aos tratamentos combinados de nitretação seguida de têmpera (NP40+TBS50 e NG84+TBS50) tiveram as maiores deformações plásticas superficiais no decorrer dos ensaios de fadiga térmica.
  - VII. O tratamento NG84+TBS50, aplicado aos corpos de prova, apresentou a menor taxa de propagação de trinca ao final do ensaio de fadiga térmica, em 800 ciclos, sendo menores 15,4% em relação ao TR; 15,4% em relação ao NP40+TBS50; 69,3% em relação ao NG84 e 69,5% em relação ao NP40.
  - VIII. O foco das análises em grande parte dos estudos de fadiga térmica está na nucleação e propagação das trincas na seção transversal do componente / peça e, neste caso, o melhor desempenho foi para os corpos de prova TR. Entretanto, neste trabalho, deu-se ênfase nas análises das trincas nucleadas e propagadas nas superfícies dos corpos de prova, uma vez que estas avarias são as que comprometem a qualidade das peças fundidas em matrizes.
  - IX. Embora esta pesquisa tenha tido a intenção de desenvolver uma combinação de tratamentos térmicos e termoquímicos, mais especificamente, nitretação seguida de têmpera e revenido aplicados aos aços para trabalho a quente, com o objetivo de melhorar a vida útil em relação à fadiga térmica, concluiu-se não ser viável aplicar esta combinação de tratamentos nos moldes e matrizes, por promoverem um desempenho semelhante àquelas que passam apenas pelo tratamento térmico de têmpera e revenimento.
-

---

## 8. PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar o tratamento de têmpera após a nitretação no aço AISI H13 com a temperatura de austenitização 1100°C (maior que 1030°C usado neste trabalho), onde se tem a total dissolução de carbonetos no aço AISI H13 e analisar a difusão de nitrogênio e do carbono, análise das fases, microdureza e microestrutura.
  - Analisar o gradiente de nitrogênio e de carbono, as fases formadas e microestrutura na seção transversal, da superfície em direção ao núcleo, dos corpos de prova após o revenimento. Complementar os resultados obtidos com a medição de dureza e microdureza realizado neste trabalho.
  - Análise das fases presentes após ensaio de fadiga térmica.
-

---

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULHADI, H. A.; AQIDA, S. N.; ISHAK, M.; MOHAMMED, G. R. (2016) Thermal fatigue of die-casting dies: an overview. **MATEC Web Conference: The 3rd International Conference on Mechanical Engineering Research (ICMER 2015)** v. 74, 2016. <https://doi.org/10.1051/matecconf/20167400032>

AKHTAR, S. S.; ARIF, A. F. M.; YILBAS, B. S. (2012). Influence of multiple nitriding on the case hardening of H13 tool steel: experimental and numerical investigation. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology** v. 58, issue 1-4, p. 57-70. 2012.

ALMEIDA, E. A. S.; MILANA, J. C. G.; COSTA, G. E. (2015). Acquired properties comparison of solid nitriding, gas nitriding and plasma nitriding in tool steels. **Materials Research**. v. 18, n. 1, p. 27-35. 2015.

AL-QAWABEHA, U. F. (2017). Effect of heat treatment on the mechanical properties, microhardness, and impact energy of H13 alloy steel. **International Journal of Scientific & Engineering Research**, v. 8, Issue 1, p. 100-104. 2017.

ALTAN, T.; DESHPANDE, M. (2011). Selection of die materials and surface treatments for increasing die life in hot and warm forging. **FIA Tech Conference**, n. 644, p. 1-32. Abr. 2011.

ALVARENGA JR., A. (2006). **Avaliação experimental dos efeitos da fadiga térmica nas propriedades mecânicas de um aço austenítico**. 2006. 145f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006

ALVES JR., C. (2001). **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. Natal: UFRN. 2001.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL (ASTM). **ASTM A681 - 08**: Standard Specification for Tool Steels Alloy. United States, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL (ASTM). **ASTM E18**: Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. United States, 2019.

---

---

ARBILE, M. N.; HAMED, J. M. (2018). Liquid nitriding of stainless steel 316L to improve fatigue properties for orthopedic screws. **Al-Nahrain Journal for Engineering Sciences (NJES)**, v. 21, n. 4, p. 508-515. 2018.

ASM HANDBOOK (1990), **Properties and Selection Irons Steels and High Performance Alloys**. ASM International. v. 1, 1990.

ASM HANDBOOK (1991), **Heat Treating**. ASM International. v. 4, 1991.

ASM HANDBOOK (1992), **Alloy Phase Diagrams**. ASM International, v. 3, 1992.

ASSUMPÇÃO, R. L.; BORGES, P. C.; MAFRA, M. (2014). Martensita de nitrogênio obtida pelo processo de SHTPN em aços inoxidáveis ferríticos. In: 21º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2014, Cuiabá, MT, **Anais do 21º CBECiMat.**, p. 5916 – 5924. 2014

BACALHAU, J. B.; RODRIGUES, F. M.; MESQUITA, R. A. (2014). Caracterização de novo aço ferramenta para matrizes de extrusão de alumínio. **Revista Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 11, n. 2, p. 112-116. 2014.

BARRALLIER, L. (2015). Classical nitriding of heat treatable steel. In: MITTEMEIJER, E. J.; SOMERS, M. A. J. **Thermochemical surface engineering of Steels**, 1<sup>st</sup> ed. England: Woodhead Publishing, 2015. cap. 10, p. 393-412.

BARREIRO, J. A. (1985). **Tratamientos termicos de los aceros**, 8. ed. Madrid, 1985.

BASSO, R. L. O.; CANDAL, R. J.; FIGUEROA, C. A.; WISNIVESKY, D.; ALVAREZ, F. (2009). Influence of microstructure on the corrosion behavior of nitrocarburized AISI H13 tool steel obtained by pulsed DC plasma, **Surface & Coatings Technology**, v. 203, p. 1293–1297. 2009.

BAYRAMOGLUA, M.; POLAT, H.; GEREN, N. (2008). Cost and performance evaluation of different surface treated dies for hot forging process, **Journal of Materials Processing Technology**, v. 205, p. 394–403. 2008.

BELL, T. (1991). Gaseous and plasma nitrocarburizing of steels. In: **ASM Handbook: heat treating**. v. 4, 1991.

BELL, T.; DONG, H; SUN, Y. (1998). **Realising the potential of duplex surface engineering**. Tribology International. v. 31, p. 127–137. 1998.

---

---

BERTON, E. M.; NEVES, J. C. K.; MAFRA, M.; BORGES, P. C. (2017). **Nitrogen enrichment of AISI 409 stainless steel by solution heat treatment after plasma nitriding**. *Kovove Mater* 55. n° 5, 2017.

BHAT, D. G.; GOROKHOVSKY, V.; BHATTACHARYA, R.; SHIVPURI, R. (1999). Development of a coating for wear and cracking prevention in die casting dies by the filtered cathodic arc process, **NADCA International Die Casting Congress**, Cleveland, OH, Paper T99-112. 1999.

BIROL, Y. (2010). Response to thermal cycling of plasma nitrided hot work tool steel at elevated temperatures, **Surface and Coatings Technology**, v. 205, n. 2, p. 597-602. 2010.

BOTTOLI, F.; JELLESEN, M. S.; CHRISTIANSEN, T. L.; WINTHER, G.; SOMERS, M. A. J. (2018). High temperature solution nitriding and low-temperature nitriding of AISI 316: Effect on pitting potential and crevice corrosion performance, **Applied Surface Science**, v. 431, p. 24-31. 2018.

BUNGARDT, K.; KUNZE, E.; HORN, E. (1958). Untersuchungen über den aufbau des systems eisen–chrom–kohlenstoff, **Archiv. Eisenhüttenwes**, v. 29, Issue 4, p. 193-203. 1958.

CALISKANOGLU, D.; SILLER, I.; EBNER, R.; LEITNER, H.; JEGLITSCH, F.; WALDHAUSER, W. (2002). Thermal fatigue and softening behavior of hot work tool steels. **Proceedings of the 6th International tooling conference: The use of tool steels**, Karlstad, SE, p. 707-719. 2002.

CASTELETTI, L. C.; NETO, A. L.; TOTTEN, G.E. (2014) Nitriding of stainless steels, In: **ASM Handbook: Heat treating of irons and steels**. v. 4D, p. 418–438, 2014.

CASTRO, G.; FERNÁNDEZ-VICENTE A.; CID, J. (2007). Influence of the nitriding time in the wear behaviour of an AISI H13 steel during a crankshaft forging process. **Wear**, v. 263, p. 1375-1385. 2007.

CHANDLER, H. (2000). **Heat Treater's Guide: practices and procedures for irons and steels**. 2. ed. USA: ASM International, 2000, 903 p.

CHEN, C.; WANG, Y.; OU, H.; HE, Y.; TANG, X. (2014). A review on remanufacture of dies and moulds. **Journal of Cleaner Production**, v. 64, p. 13-23. 2014.

---



---

CHENG, A. Z.; LIB, C. X.; DONG, H.; BELL, B. T. (2005). Low temperature plasma nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel. **Surface & Coatings Technology**, v. 191, p. 195–200. 2005.

CHO, K. S.; LEE, C. O. (1980). The Effects of Carbon on Ion-Nitriding. **Journal of Engineering Materials and Technology**, v. 102, p. 229-233. 1980.

CISKI, A.; WACH, P.; TACIKOWSKI, J.; BABUL, T.; ŠUCHMANN, P. (2017). Heat treatment of nitrided layer formed on X37CrMoV5-1 hot working tool steel. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 179, Issue 1, p. 012013.1- 012013.8. 2017.

COLPAERT, H. (2008). **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**, 4. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2008. 652 p.

CONRADS, H.; SCHMIDT, M. (2000). Plasma generation and plasma sources. **Plasma Sources Science and Technology**, v. 9, p. 441-454. 2000.

CORAZZA, E. J. (2012). **Influência do tratamento de nitretação em cavidades de aço p20 de moldes de injeção de termoplásticos**. 2012. 100f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processo) – Departamento de Engenharia, Universidade da Região de Joinvile – UNIVILLE, Joinvile, 2012.

DAMIN, K. V. S. (2015) **Tratamentos termoquímicos sequenciais por plasma do aço AISI 1005**. 2015. 104f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Departamento de Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

DAS, K.; JOSEPH, A.; GHOSH, M.; MUKHERJEE, S. (2016). Microstructure and wear behaviour of pulsed plasma nitrided AISI H13 tool steel. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 55, n. 4, p. 402–408. 2016.

DECRISTOFARO, N.; KAPLOW, R. (1977). Mössbauer spectroscopy of hexagonal iron-nitrogen alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 8, Issue 3, p. 425-430. 1977.

DIEHL, I. L. (2017). **Análise de camadas obtidas por nitretação gasosa controlada nos aços SAE H13 e SAE 4140**. 2017. 105f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Departamento de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais,

---

---

Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

DONG-CHERNG, W. (2009). Plasma nitriding of plastic mold steel to increase wear and corrosion properties. **Surface & Coatings Technology** v. 204, p. 511–519. 2009.

DRESSLER, S. (1989). Plasma parameter control for industrial situations the role of hot wall plasma nitriding furnaces. In: International conference on ion nitriding/carburizing, 2<sup>nd</sup>, Cincinnati, Ohio. **Proceeding Materials Park**, p. 183-193. 1989.

EBNER, R.; MARSONER, S.; SILLER, L.; ECKER, W. (2008). Thermal fatigue behavior of hot-work tool steels: heat check nucleation and growth. **International Journal of Microstructure and Materials Properties**, v. 3, p. 182-94. 2008.

EDENHOFER, B. (1974). Physical and metallurgical aspects of ion nitriding – Part 1. **Heat Treatment of Metals**, v.1, p. 23-28. 1974.

FRANCO JR., A. R. (2003). **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13**. 2003. 178 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

FUCHS, K. D. (2002). Hot-work tool steels with improved properties for die-casting applications. **Proceedings of the 6th International Tooling Conference**, Karlstad, SE, p. 15-22. 2002.

GARZÓN, C. M.; TSCHIPTSCHIN, A. P. (2005). Nitretação gasosa em alta temperatura de aços inoxidáveis. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 10, n. 4, p. 502–525. 2005.

GAVRILJUK, V.G.; SHANINA, B.D.; BERNIS H. (2008). A physical concept for alloying steels with carbon + nitrogen. **Materials Science and Engineering: A**, v. 481–482, p. 707–712. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.11.186>

GOLDSCHMIDT, H. J. (1967). **Interstitial Alloys**. 1st. ed. London: Butterworth-Heinemann, 1967. 640 p.

---

---

GOLDSTEIN, J. I.; NEWBURY, D. E.; JOY, D. C.; LYMAN, C. E.; ECHLIN, P.; LIFSHIN, E.; SAWYER, L.; MICHAEL, J. R. (2003). **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 3<sup>a</sup> ed. New York: Springer, 2003.

GONÇALVES, C. S. (2012). **Efeito do processo de nitretação a plasma no comportamento em fadiga térmica dos aços ferramentas para molde de injeção de alumínio sob pressão**. 2012. 175 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

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

GRAFEN, W.; EDENHOFER, B. (2005). New developments in thermo-chemical diffusion processes. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, Issues 5–6, p. 1830-1836. 2005. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.08.107>

GU, J. B.; LI, J. Y.; CHEN, Y. L. (2017) Microstructure and strengthening-toughening mechanism of nitrogen-alloyed 4cr5mo2v hot-working die steel. **Metals**. v. 7, issue 8, p. 310. (2017). <https://doi.org/10.3390/met7080310>

GU, J. B.; LI, J. Y.; HUO, J. H. (2017) Effect of precipitation on hardening and toughening of nitrogen alloyed H13 steel. **Steel Research International**. v. 87, n. 11, p. 1700031. 2017.

GU, J.; LI, J.; CHANG, R.; LI, L. (2019) Comprehensive effect of nitrogen on Cr-Mo-V hot-working die steel with enhanced strength and toughness. **Materials Science and Engineering: A**. v. 766, p. 138386. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140721>

GU, J.; LI, J.; YANAGIMOTO, J.; LI, W.; LI, L. (2021) Microstructural evolution and mechanical property changes of a new nitrogen-alloyed Cr–Mo–V hot-working die steel during tempering. **Materials Science and Engineering: A**. v. 804, n. 15, p. 140721. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140721>

HANSEN, M. (1958) **Metallurgy and metallurgical engineering series**. 2<sup>a</sup>. ed. New York: McGraw Hill Book Company, 1958

---

---

HARA, R.; YAMAMOTO, M.; ITO, G.; KAMIMIYADA, K.; NARITA, I.; MIYAHARA, H. (2016) Effect of nitrogen on the microstructure and hardness of high-carbon high-speed tool steel type alloys. **Materials Transactions**. v. 57, issue 11, p. 1945 – 1951. (2016). <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2016124>.

HERRING, D. H. (2011) Princípios da Nitretação a Gás: Parte 2. **Revista Industrial Heating** – Jul. / Set. 2011. Disponível em: <http://cdn.coverstand.com/11623/121280/121280.2.pdf> > Acesso em: 02 jun. 2018 as 16:00 h.

HIRSCHHEIMER, L. R.; DIAS, R. N.; ALBENCIO, V. (2011) A Nitretação em Banhos de Sais – uma Visão Sistêmica do Processo. **Revista Industrial Heating** – Jul. / Set. 2011. Disponível em: <http://cdn.coverstand.com/11623/121280/121280.2.pdf> > Acesso em: 02 jun. 2018 as 16:00 h.

HONEYCOMBE, R. W. K.; BHADESHIA H. K. D. H. (1995) **Steels microstructure and properties**. 2<sup>a</sup> ed. Edward Arnold. 1995.

HORNBECK, F.; BELL, T. (1991) Environmentally harmless plasma thermochemical processes. **Surface Engineering** v. 7, p. 45–52. 1991.

HOSSEINI, S. R.; AHMADI, A. (2013) Evaluation of the effects of plasma nitriding temperature and time on the characterisation of Ti 6Al 4V alloy. **Vacuum** v. 87, p. 30–39. 2013.

HOSSEINI, S. R.; ASHRAFIZADEH, F. (2011) Compositional depth profile investigation of plasma nitriding by multiple analyses techniques. **Vacuum** v. 85, p. 920–926. 2011.

Hu, X.; Li, L.; Wu, X.; Zhang, M. (2006) Coarsening behavior of  $M_{23}C_6$  carbides after ageing or thermal fatigue in AISI H13 steel with niobium. **International Journal of Fatigue** v. 28, p. 175–182. 2006.

INOKUT, Y.; NISHIDA, N.; ÔHASHI, N. (1975) Formation of  $Fe_3N$ ,  $Fe_4N$  and  $Fe_{16}N_2$  on the surface of iron. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 6, p. 773–784. 1975.

JACK, D. H.; JACK, K. H. (1973), Invited review: carbides and nitrides in steel. **Materials Science and Engineering**, v. 11, Issue 1, p. 1–27. 1973.

---

---

JACK, K. H. (1948) Binary and Ternary Interstitial Alloys III. The Iron-Carbon System: The Characterization of a New Iron Carbide. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences**, v. 195, n. 1040, p. 56-61. 1948.

JACK, K. H. (1951). The occurrence and the crystal structure of  $\alpha''$  - iron nitride: a new type of interstitial alloy formed during the tempering of nitrogen-martensite. **Proceedings of the Royal Society of London Series A, Mathematical and Physical Sciences**, v. 208, n. 1093, p. 216–224. 1951.

JACOBSEN, S. D.; HINRICHS, R.; BAUMVOL, I. J. R.; CASTELLANO, G.; VASCONCELLOS, M. A. Z. (2015). Depth distribution of martensite in plasma nitrided AISI H13 steel and its correlation to hardness, **Surface & Coatings Technology**, v. 270, p. 266–271. 2015.

JACOBSEN, S. D.; HINRICHS, R.; AGUZZOLI, C.; FIGUEROA, C. A.; BAUMVOL, I. J. R.; VASCONCELLOS, M. A. Z. (2016) Influence of current density on phase formation and tribological behavior of plasma nitrided AISI H13 steel. **Surface & Coatings Technology** v. 286, p. 129–139. 2016.

JEGOU, S.; BARRALLIER, L.; KUBLER, R.; SOMERS, M. A. J. (2011). Evolution of residual stress in the diffusion zone of a model Fe-Cr-C alloy during nitriding. **HTM - Journal of Heat Treatment and Materials**, v. 66, n. 3, p. 1-8. 2011.

JILG, A.; SEIFERT, T. (2018). A temperature dependent cyclic plasticity model for hot work tool steel including particle coarsening, **21st International ESAFORM Conference on Material Forming**, p. 170007.1-170007.6. 2018.

KHVAN, A. V.; HALLSTEDT, B.; BROECKMANN, C. (2014). A thermodynamic evaluation of the Fe–Cr–C system, **CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry**, v. 46, p. 24-33. 2014.

KLOBCAR, D.; KOSEC, L.; KOSEC, B.; TUŠEK, J. (2012). Thermo fatigue cracking of die casting dies. **Engineering Failure Analysis**, v. 20, p. 43–53, 2012.

KLOBCAR, D.; TUSEK, J. (2008). Thermal stresses in aluminium alloy die casting dies. **Computational Materials Science** v. 43, p. 1147-1154. 2008.

---

---

KLOBCAR, D.; TUSEK, J.; TALIAT, B. (2008). Thermal fatigue of materials for die-casting tooling. **Materials Science and Engineering: A**- v. 472, issues 1–2, p. 198-207. 2008.

KNERR, C. H.; ROSE, T. C.; FILKOWSKI, J. H. (1991) Gas nitriding of steels, In: ASM International Handbook Committee (eds.), **ASM Handbook: Heat Treating**. Utah: International Library Service, v. 4, p. 387–409, 1991.

KRAUSS, G. (1990). **Steels: Heat treatment and processing principles**. Ohio: ASM International, 1990.

KRAUSS, G. (2005). **Steels: Processing, structure and performance**. Ohio: ASM International, 1st. ed., 2005.

KURELO, B. C.; SOUZA, G. B.; SILVA, S. L.; SERBENA, F. C.; FOERSTER, C. E.; ALVES, C. (2015). Plasma nitriding of HP13Cr supermartensitic stainless steel. **Applied Surface Science**, v. 349, p. 403–414. 2015.

LAVTAR, L.; MUHIC, T.; KUGLER, G.; TERCELJ, M. (2011). Analysis of the main types of damage on a pair of industrial dies for hot forging car steering mechanisms. **Engineering Failure Analysis**, v. 18, Issue 4, p. 1143 - 1152. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2010.11.002>

LI, C. X.; BELL, T.; DONG, H. (2002). A Study of Active Screen Plasma Nitriding. **Surface Engineering**, v. 18, n. 3, p. 174-181. 2002.

LI, J. Y.; CHEN, Y. L.; HUO, J. H. (2015). Mechanism of improvement on strength and toughness of H13 die steel by nitrogen. **Materials Science and Engineering: A**, v. 640, p. 16-23. 2015.

LIGHTFOOT, B. J.; JACK, D. H. (1973). Kinetics of nitriding with and without white layer formation. In: **The 73' Heat Treatment**. Proceedings, Metals Society. p. 59-65. London, 1973.

LIU, B.; WANG, B.; YANG, X.; ZHAO, X.; QIN, M.; GU, J. (2019). Thermal fatigue evaluation of AISI H13 steels surface modified by gas nitriding with pre- and post-shot peening, **Applied Surface Science**, v. 483, P. 45-51, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.03.291>

---

---

LÓPEZ, D; FALLEIROS, N. A.; TSCHIPTSCHIN A. P. (2011). Effect of nitrogen on the corrosion–erosion synergism in an austenitic stainless steel, **Tribology International**, v. 44, Issue 5, p. 610-616, 2011.

LÓPEZ, D; FALLEIROS, N. A.; TSCHIPTSCHIN, A. P. (2007). Corrosion–erosion behaviour of austenitic and martensitic high nitrogen stainless steels, **16th International Conference on Wear of Materials**, v. 263, Issues 1–6, p. 347-354. 2007.

MAHENDIRAN, M.; KAVITHA, M. (2018). Distortion Control in 20MnCr5 Bevel Gears After Liquid Nitriding Process to Maintain Precision Dimensions, **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 314, p. 1-7. 2018. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/314/1/012001>

MALM, S.; NORSTRÖM, A. (1979). Material-related model for thermal fatigue applied to tool steels in hot-work applications. **Metal Science**, p. 544-550. 1979.

MANSON, S.S. (1966). **Thermal stress an low-cycle fatigue**, New York: McGraw Hill Book Company, 1966.

MEDVEDEVA A.; BERGSTROB J.; GUNNARSSONA S.; ANDERSSONA J. (2009). High-temperature properties and microstructural stability of hot-work tool steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 523, Issues 1-2, p. 39–46. 2009.

MEHRKAM, Q. D.; EASTERDAY, J. R.; PAYNE, B. R.; FOREMAN, R. W.; VUKOVICH, D.; GODDING, A. D. (1991). Liquid nitriding of steels. in: **ASM Handbook: heat treating**. v. 4, p. 923-943. 1991.

MEKATA, M.; YOSHIMURA, H.; TAKAKI, H. (1972). Magnetic study on hexagonal nitrides of 3d transition metals. **Journal of the Physical Society of Japan**, v. 33, Issue 1, p. 62-69. 1972.

MELLOULI, D.; HADDAR, N.; KÖSTER, A.; AYEDI, H. F. (2014). Hardness effect on thermal fatigue damage of hot-working tool steel. **Engineering Failure Analysis**, v. 45, p. 85-95. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2014.06.007>

MESA, D. H.; GARZÓN, C. M; TSCHIPTSCHIN A. P. (2010). Avaliação da resistência ao desgaste erosivo gerado por cavitação em aços inoxidáveis

---

---

austeníticos com alto teor de nitrogênio: estudo dos mecanismos de desgaste, **Revista Escola de Minas**, v. 63, n. 1, p. 147-152, 2010.

MESQUITA, R. A.; BARBOSA, C. A.; GONÇALVES, C. S.; KESTENBACH, H. J. (2008). Aços ferramenta para trabalho a quente com baixo teor de silício: caracterização e aplicações. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v. 4, n. 4, p. 7-15, 2008.

MESQUITA, R. A.; SCHNEIDER, R.; GONÇALVES, C.S. (2014). Heat treating of hot-work tool steels. in: **ASM Handbook: Heat treating of irons and steels**. v. 4D, p. 336–346. 2014. ASM International.

MOLAS, S.; HAMASAIID, A.; LIOBET, A.; VALLS, I.; CASELLAS, D.; RIERA, M. D. (2013). Estudio de la resistencia a fatiga térmica en moldes de inyección de aluminio utilizando aceros de alta conductividad térmica, **13th Congreso Nacional de Tratamientos Térmicos y de Superficie - TRATERMAT 2013**, Barcelona, Spain, p. 309 – 319. 2013.

MORAES, N. N. (2019). **Influência dos parâmetros de tratamento térmico na microestrutura e no comportamento mecânico de aços ferramenta para trabalho a quente**. 2019. 133f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Departamento de Engenharia de Materiais, CEFET – MG, Belo Horizonte, 2019.

MUHIC, M.; TUSEK, J.; KOSEL, F.; KLOBCAR, D.; PLETERSKI, M. (2010). Thermal fatigue cracking of die-casting dies, **Metalurgija**, v. 49, n. 1, p. 9-12. 2010.

MUÑOZ RIOFANO, R. M. (1997). **Efeito das variáveis de nitretação por plasma na resistência à abrasão de um aço “MARAGING”**. 1997. 131 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1997.

NADCA #207-2003. **Premium and superior quality H13 steel and heat treatment acceptance criteria for pressure die casting dies**. North American Die Casting Association (NADCA). River Grove, Illinois, 2003.

NARITA, K. (1975). Physical Chemistry of the Groups IVa (Ti, Zr), Va (V, Nb, Ta) and the Rare Earth Elements in Steel, **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, v. 15, Issue 3, p. 145-152. 1975

---



---

NASSER, E. (1971) **Fundamentals of Gaseous Ionization and Plasma Electronics** John Wiley & Sons, Inc., New York, 1971.

NGO, H. K. L.; NAKASHIMA, K.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S. (2012). Effect of solution nitriding on microstructure and hardness in 12%Cr martensitic stainless steels. **Tetsu-to-Hagane**. v. 98, Issue 1, p. 25–31. 2012. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.98.25>

NORWOOD, A. J.; DICKENS, P. M.; SOAR, R. C.; HARRIS, R. A. (2007). Surface temperature of tools during the high-pressure die casting of aluminium. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture**. v. 221, Issue 12, p. 1659–1664. 2007.

O'BRIEN, J. M. (1991) Plasma (ion) nitriding. **ASM Handbook**. v.4, p.420-424, 1991.

PANTAZOPOULOS, G. (2013). Liquid nitriding of steels, In: ASM International Handbook Committee (eds.), **ASM Handbook: Steel Heat Treating Fundamentals and Processes**. Utah: International Library Service, v. 4A, p. 680–689. 2013

PAOSAWATYANYONG, B.; PONGSOPA, J.; VISUTTIPITUKUL, P.; BHANTHUMNAVIN, W. (2016). Nitriding of tool steel using dual DC/RFICP plasma process. **Surface and Coatings Technology**, v. 306, Part A, p. 351–357, 2016.

PASANG, T.; CHEN, Z.; RAMEZANI, M.; NEITZERT, T.; AU, D. (2013). The effect of heat treatment atmosphere on hardening of surface region of H13 tool steel. **Journal of Materials Science and Chemical Engineering**, v. 1, p. 20-29. 2013.

PELLIZZARI, M., MOLINARI, A., GIALANELLA, S.; STRAFFELINI, G. (2001). Effetto del trattamento criogenico sulle proprietà microstrutturali dell'acciaio AISI H13. *La Metallurgia Italiana*, v. 93, p. 21-27. 2001.

PELLIZZARI, M., MOLINARI, A., STRAFFELINI, G. (2001). Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 142-144, p. 1109-1115. 2001.

PELLIZZARI, M., MOLINARI, A., STRAFFELINI, G. (2002). Damage mechanisms in duplex treated hot work tool steel under thermal cycling. **Surface Engineering**, v. 18, n. 4, p. 289-298. 2002.

---

---

PELLIZZARI, M.; MOLINARI, A.; STRAFFELINI, G. (2003). Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 35, n. 1, p. 186-194. 2003.

PELLIZZARI, M.; UGUES, D.; CIPOLLONI, G. (2013). Influence of heat treatment and surface engineering on thermal fatigue behaviour of tool steel. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, v. 7, n. 4, p. 180-184. 2013.

PENG, T.; ZHAO, X.; CHEN, Y.; TANG, L.; WEI, K.; HU, J. (2020). Improvement of stamping performance of H13 steel by compound layer free plasma nitriding. **Surface Engineering**, v. 36, n. 5, p. 492–4972. 2020. [https://doi.org/ 10.1080/ 02670844.2019.1609172](https://doi.org/10.1080/02670844.2019.1609172)

PENG, W.; WU, X.; MIN, Y.; XU, L. (2002). Comparison of thermal fatigue behavior of plasma nitriding with compound layer and without it of H13 steel. **6th International Tooling Conference**, Karlstad, SE, p. 597-609. 2002.

PÉREZ, M.; BELZUNCE, F. J. (2016). A comparative study of salt-bath nitrocarburizing and gas nitriding followed by post-oxidation used as surface treatments of H13 hot forging dies. **Surface and Coatings Technology**, v. 305, p. 146–157. 2016.

PERSSON, A.; HOGMARK, S.; BERGSTROM, J. (2005). Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels. **Surface and Coatings Technology**, v. 191, Issues 2–3, p. 216–227. 2005.

PINEDO, C. E. (2000) **Estudo morfológico e cinético da nitretação por plasma pulsado do aço inoxidável martensítico AISI 420**, 2000. 176 p. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

PODGORNIK, B.; PUS, G.; ZUZEK, B.; LESKOVSEK, V.; GODEC M. (2018). Heat treatment optimization and properties correlation for H11-type hot-work tool steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 49, Issue 2, p. 445-462. 2018.

PORTER, D. A.; E. EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. (2009). **Phase transformations in metals and alloys**. 3ª. ed. Boca Raton, Flórida: CRC Press, 2009. 500 p.

---

---

PRICE, J. W. H. (2014). Put a check on heat checking with an enhanced die steel. **Die Casting Engineer**, v. 58, n. 2, p. 40-43. 2014

PYE, D. (2003). **Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing**. Ohio: Materials Park - ASM International, 2003. 256 p.

RAMEZANI, M.; PASANG, T.; CHEN, Z.; NEITZERT, T.; AU D. (2015). Evaluation of carbon diffusion in heat treatment of H13 tool steel under different atmospheric conditions. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 4, Issue 2, p. 114–125. 2015.

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

REIS, R. F.; MALISKA, A. M.; BORGES, P. C. (2011). Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1. **Journal of Materials Science**. v. 46, Issue 3, p. 846-854. 2011. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-010-4827-3>.

REIS, R. F.; VILLANOVA, R. L.; COSTA, K. D.; DUARTE, G. C. (2015). Nitrogen Surface Enrichment of Austenitic Stainless Steel ISO 5832-1: SHTPN vs Low-temperature Plasma Nitriding. **Materials Research**, v. 18, n. 3, p. 575-580. 2015. <http://dx.doi.org/10.1590/1516-1439.352014>.

ROBERT, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. (1998). **Tool steels**. 5th ed. Ohio: Materials Park - ASM International, 1998. 364 p.

SAKAMOTO, F. S. (2018) **Influência do teor de carbono na formação da camada de nitretos e nas propriedades mecânicas em aços da família 43XX submetidos à nitretação a plasma**. (2018). 82 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e Área de Concentração Materiais) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2018.

SANJUÁN, L. A. (2015) **Comportamento em desgaste por erosão cavitação, erosão – corrosão e em ensaios de microesclerometria linear instrumentada de um aço inoxidável martensítico AISI 410 nitretado a plasma em baixa temperatura, utilizando a tecnologia de tela ativa**. 2015. 234 p. Tese (Doutorado em Ciências e Área de Concentração Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015

---

---

SCHNEIDER, R.; SCHWEIGER, H.; REITER, G.; STROBL, V. (2007) Effects of different alloying concepts of new hot work tool steels on the hardness profile after nitriding. **Journal Surface Engineering**, v. 23; Issue 3, p. 173-176. 2007.

SCHWARTZ, B.; GOHRING, H.; MEKA, S.R.; SCHACHERL, R.E.; MITTEMEIJER, E.J. (2014). Pore Formation Upon Nitriding Iron and Iron-Based Alloys: The Role of Alloying Elements and Grain Boundaries. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45, n. 13, p. 6173-6186. 2014.

SENAI Itaúna – MG (2021) Disponível em: <<https://www7.fiemg.com.br/senai/produto/laboratorio-de-ensaios-e-analises-em-materiais---lamat->>. Acesso em: 21 Set. 2021 as 16:50h.

SHAAF, P. (2002) Laser Nitriding of Metals. **Progress in Materials Science**, v. 47, Issue 1, p.1–161. 2002.

SILVA JR., R. R (2019). **Fadiga térmica: Equipamento para ensaio e influências dos tratamentos térmicos e superficiais**. 2019. 189 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

SILVA JR., R. R.; TOTTEN, G. E.; VENDRAMIM, J. C.; CANALE, L. C. F. (2017). Thermal fatigue in hot work tool steels - a review. In: ASM Heat Treating Society Conference, 29, 2017. Columbus, Ohio, USA. **Anais...** Columbus, Ohio, USA: Heat Treat 2017.

SILVEIRA, C. B. (2014). **O que é indústria 4.0 e como ela vai impactar o mundo**. Disponível em: <<https://www.citisystems.com.br/industria-4-0/>>. Acesso em: 29 Dez. 2017 as 16:00h.

SOMERS, M. A. J. (2004). Modelling nitriding of iron: from thermodynamics to residual stress. **Journal de Physique IV**, v. 120, p. 21–33. 2004.

SOMERS, M. A. J.; KOOI B. J.; SLOOF, W. G.; MITTEMEIJER, E. J. (1992). On the oxidation of  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N<sub>1-x</sub> layers; redistribution of nitrogen. **Surface and Interface Analysis**, v. 16, n. 1-12, p.633-637. 1992.

---

---

SOMERS, M. A. J.; MITTEMEIJER, E. J. (1995) Layer-growth kinetics on gaseous nitriding of pure iron: evaluation of diffusion coefficients for nitrogen in iron nitrides. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 26A, p. 57–74. 1995.

SPEICH, G. R.; LESLIE, W. C. (1972). Tempering of steel. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p. 1043-1054. 1972.

SPERA, D. A. (1976). "**What is Thermal Fatigue?**" Thermal Fatigue of Materials and Components, ASTM STP 612, D. A. Spera and D. F. Mowbray, Eds., American Society for Testing and Materials, p. 3-9, 1976.

SRIVASTAVA, A.; JOSHI, V.; SHIVPURI, R. (2004). Computer modeling and prediction of thermal fatigue cracking in die-casting tooling. **Wear**, v. 256, Issues 1-2, p. 38-43. 2004.

SRIVASTAVA, A.; JOSHI, V.; SHIVPURI, R.; BHATTACHARYA, R.; DIXIT, S. (2003). A multilayer coating architecture to reduce heat checking of die. **Surface and Coatings Technology**, v. 163-164, p. 631-636. 2003.

STARLING, C. M. D.; BRANCO, J. R. T. (1997). Thermal fatigue of hot work tool steel with hard coatings, **Thin Solid Films** v. 308–309, p. 436–442. 1997,

STURLA, A. E. (2002). **Tratamientos termicos de los aceros** – teoria y práctica, 1st. ed. Buenos Aires: Nueva Librería, 2002. 159 p.

SUN, Y.; BELL, T. (1991). Plasma surface engineering of low alloy steel. **Materials Science and Engineering: A**. v. 140, p. 419-434. 1991.

TACIKOWSKI, J.; WACH, P.; MICHALSKI, J.; BURDYŃSKI, K. (2014). Utwardzanie wydzieleniowe za pomocą obróbki cieplnej azotowanej stali węglowej. **Inżynieria Materiałowa**, v. 35, n. 6, p. 552-555. 2014.

TAKANO, K.; SAKAKIBARA, M.; MATSUI, T.; TAKAKI, S. (2000). Effects of alloying elements and microstructure on corrosion resistance and hardness of martensitic stainless steels. **Tetsu to Hagane**, v. 86: issue 2, p. 123–130, 2000. [https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.86.2\\_123](https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.86.2_123)

TAO, X. G.; HAN, L. Z. H.; GU, J. F. (2014). Effect of tempering on microstructure evolution and mechanical properties of X12CrMoWVNbN10-1-1 steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 618, p. 189–204. 2014.

---

---

THELNING, K. E. (1984). **Steel and its heat treatment** - bofors handbook. 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1984. 696 p.

TOTTEN, G. E. (2006). **Steel heat treatment: metallurgy and technologies**. 2nd ed. Portland, Oregon, U.S.A: Taylor & Francis Group, 2006. 848 p.

TSCIPTSCHIN, A. P.; GARZÓN, C. M.; LOPEZ, D. M. (2007). Efeito do nitrogênio na usinabilidade do aço inoxidável austenítico: uma avaliação utilizando a técnica da esclerometria pendular instrumentada. **Revista Escola de Minas**, v. 60, p. 75–82. 2007.

TSCIPTSCHIN, A. P.; VARELA L. B.; PINEDO C. E.; LI X. Y.; DONG H. (2017). Development and microstructure characterization of single and duplex nitriding of UNS S31803 duplex stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 327, p. 83–92. 2017.

TURKDOGAN, E.; IGNATOWICZ, S. (1958). The solubility of nitrogen in iron-chromium alloys. **The Journal of the Iron and Steel Institute**, p. 242-247. 1958.

VATAVUK, J.; VENDRAMIM, J. C.; SILVEIRA JR., L. A. B. [s.d.]. Breve discussão do componente “rugosidade” em aço carbono SAE 1045 e SAE 1035 nitretados pelos processos: sal, gás e plasma. Disponível em: <[www.isoflama.com.br/assets/pdf/literaturas/1484069164.pdf](http://www.isoflama.com.br/assets/pdf/literaturas/1484069164.pdf)>. Acesso em: 05 jun. 2018 as 9:00h.

VÁZQUEZ, A; RAMÍREZ, A. L.; JUÁREZ, J. A. (2017). Microstructural Evaluation of Salt Nitrocarburizing H13 Steel as a Function of Time In: VIII International Congress of Engineering Physics, **IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series**, n. 792, p. 1-6. 2017.

VENDRAMIM, J. C. (2004). **Efeito da nitretação na resistência à fadiga do aço CrSiV utilizado na fabricação de molas para a indústria automotiva**. 2004. 130 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e Área de Concentração em Engenharia de Materiais e Processos de Fabricação) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

VENDRAMIM, J. C. (2014). **Têmpera a Vácuo de bloco de aço AISI H13**. Disponível em: <[www.isoflama.com.br/assets/pdf/artigos/1468270121.pdf](http://www.isoflama.com.br/assets/pdf/artigos/1468270121.pdf)> Acesso em: 22 abr. 2019 as 16:00h.

---

---

VENDRAMIM, J. C. (2018). **Molde para fundição de alumínio sob pressão**. Disponível em: <<https://www.revistaferramental.com.br/?cod=artigo/molde-para-fundicao-de-aluminio-sob-pressao/#>> Acesso em: 12 fev. 2020 as 19:20h.

VENDRAMIM, J. C. [s.d.]. **Publicações técnicas Isoflama**. Disponível em: <<http://www.isoflama.com.br/assets/pdf/literaturas/1572377390.pdf>> Acesso em: 10 fev. 2020 as 19:30h.

WACH, P.; CISKI, A.; TACIKOWSKI, J.; BABUL, T. (2016). Heat Treatment of Nitrided Layers. In: Mediterranean Conference on Heat Treatment and Surface Engineering. Portoroz, Eslovênia **Anais...** Portoroz, Slovenia: MCHT&SE 2016.

WANG, B.; ZHAO, X.; LIA, W.; QINB, M.; GUA, J. (2017). Effect of nitrided layer microstructure control on wear behavior of AISI H13 hot work die steel. **Applied Surface Science**, v. 431, p. 39-43. 2017.

WANG, J.; XU, Z.; LU, X. (2020). Effect of the quenching and tempering temperatures on the microstructure and mechanical properties of H13 steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 29, Issue 9, p. 1849-1859. 2020.

WEI, M. X.; WANG, S. Q.; WANG, L.; CUI, X. H.; CHEN, K. M. (2011). Effect of tempering conditions on wear resistance in various wear mechanisms of H13 steel. **Tribology International**, v. 44, Issues 7-8, p. 898–905. 2011.

WOODFORD, D. A.; MOWBRAY, D. F. (1974). Effect of material characteristics and test variables on thermal fatigue of cast superalloys. A review. **Materials Science and Engineering**, v. 16, Issues 1–2, p. 5-43. 1974.

WRITZL, V. (2018). **O efeito dos tratamentos de nitretação por plasma e têmpera superficial a laser nas propriedades de ferros fundidos vermiculares**. 2018. 139 p. Tese (Doutorado em Engenharia, Área de Concentração em Engenharia de Materiais) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR, Curitiba, 2018.

XU, J.; ZHANG, Z.; PANG, X.; ZHAO, X., (2016). Nitriding process optimization of nano sized H13 steel. **International Journal of Simulation - Systems, Science & Technology Special**, v.17, n. 12, p. 20.1-20.6. 2016.

---

---

YAMAGUCHI, T.; SAKITA, M.; NAKAMURA, M.; KOBIRA, T. (2000). Synthesis and characteristics of Fe<sub>4</sub>N powders and thin films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 215-216, p. 529-531. 2000.

YANG C. (2016). R&D and Applications of V-N Microalloyed Steels in China. **HSLA Steels 2015, Microalloying 2015 & Offshore Engineering Steels 2015**. Springer, Cham, p. 917-930. 2016. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-48767-0\\_115](https://doi.org/10.1007/978-3-319-48767-0_115)

YANG M. (2012). **Nitriding: fundamentals, modeling and process optimization**. 2012. 134 p. (PhD theses in Material Science and Engineering). Worcester Polytechnic Institute, Worcester, 2012.

YEH, S. H.; CHIU, L. H.; LO, W. C.; HUANG, C. L. (2013). Thermal fatigue behavior of nitrocarburized and low pressure nitrided modified JIS SKD61 hot work mold steel. **Materials Transactions**, v. 54, n. 7, p. 1187-1194. 2013.

ZAGONEL, L. F.; BETTINI, J.; BASSO, R. L. O.; PAREDEZ, P.; PINTO, H.; LEPIENSKI, C. M.; ALVAREZ, F. (2012). Nanosized precipitates in H13 tool steel low temperature plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 207, p. 72–78. 2012.

ZAGONEL, L. F.; FIGUEROA, C.A.; DROPPA JR. R.; ALVAREZ, F. (2006). Influence of the process temperature on the steel microstructure and hardening in pulsed plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, p. 452–457. 2006.

ZAJAC, S.; LAGNEBORG, R.; SIWECKI, T. (1995). The role of nitrogen in microalloyed steels. **Microalloying '95: Proceedings of the International Conference**, Pittsburgh, PA, USA, p. 321-340. 1995.

ZEITUNE, L. H.; MAGALHÃES, A. S.; PIMENTA, A. P. A; CASTRO, D. B.; LOPES, W.; CORREA, E. C. S. (2014). Efeito da temperatura de austenitização na têmpera e no comportamento mecânico após revenimento de um aço ferramenta para trabalho a frio. In: 21º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2014, Cuiabá. **Anais eletrônicos**. Disponível em: <<http://www.metallum.com.br/21cbecimat/CD/PDF/305-033.pdf>>. Acesso em: 17 abr. 2018.

---



---

ZHOU, J.; MA, D. S.; CHI, H. X.; LI, X. Y. (2013) Microstructure and properties of hot working die steel H13MOD. **Journal of Iron and Steel Research International** v. 20, p. 117–125. 2013. [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(13\)60166-1](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(13)60166-1)

---