

## **DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE NITRETAÇÃO A PLASMA DE AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO A BAIXA TEMPERATURA DE EXTRATORES CLOACAIS DE AVES PARA O ARRANJO PRODUTIVO LOCAL DO MEIO OESTE CATARINENSE**

Frederico Murilo Wlassak (IFC) E-mail:wlassak.f@gmail.com

Mario Wolfart Júnior (IFC) E-mail:mario.wolfart@ifc.edu.br

**Resumo:** A nitretação dos aços inoxidáveis martensíticos apresentam grande interesse tecnológico, pois obtêm-se um aumento significativo de sua dureza superficial e resistência ao desgaste. A região do meio oeste catarinense conta com a presença da empresa Junior Frigometal presente no mercado de peças de reposição, manutenção e máquinas para o setor frigorífico. Deste modo, os componentes mecânicos desenvolvidos pela empresa necessitam ser fabricados com aços inertes a oxidação e corrosão como determinado pela Anvisa, como por exemplo o aço inoxidável martensítico AISI 440C. Um componente em destaque é o extrator cloacal de aves, que requer grande resistência ao desgaste em virtude da vida útil, e também resistência à corrosão, devido ao meio agressivo que é exposto e principalmente por estar em contato com produtos alimentícios. Entretanto, para que os aços inoxidáveis martensíticos atinjam as propriedades mecânicas exigidas, devem ser submetidos a tratamentos termoquímicos tais como a nitretação a plasma. No entanto, devido às altas temperaturas utilizadas (500 a 600°C) atualmente no processo de nitretação, observa-se uma extensa formação de precipitados de nitretos de cromo, com consequente redução de resistência à corrosão do material. A proposta deste trabalho foi de utilizar a tecnologia de plasma para nitretar aços inoxidáveis martensíticos AISI 440C a temperaturas relativamente baixas (300 a 400°C) a fim de evitar precipitação de nitretos, proporcionando a manutenção da resistência a corrosão do aço. Tendo obtido um aumento considerável na dureza superficial dos corpos de prova, e por consequência uma maior resistência ao desgaste.

**Palavras-chave:** Nitretação, martensítico, nitretos, temperatura.

## **DEVELOPMENT OF THE MARTENSITIC STAINLESS STEEL PLASMA NITRETATION TECHNOLOGY AT LOW TEMPERATURE OF CLOACAL POULTRY EXTRACTORS FOR THE LOCAL PRODUCTIVE ARRANGEMENT OF THE MIDDLE WEST OF SANTA CATARINA**

**Abstract:** The nitriding of martensitic stainless steels is of great technological interest, as its surface hardness and wear resistance significantly increase. The Midwestern region of Santa Catarina counts with the presence of the Junior Frigometal company present in the market of spare parts, maintenance and machinery for the refrigeration sector. Thus, the mechanical components developed by the company need to be manufactured with steels inert to oxidation and corrosion as determined by Anvisa, such as martensitic stainless steel AISI 440C. A highlighted component is the poultry cloacal extractor, which requires great wear resistance due to its useful life, and also corrosion resistance, due to the aggressive environment it is exposed to and mainly because it is in contact with food products. However, for martensitic stainless steels to achieve the required mechanical properties, they must be subjected to thermochemical treatments such as plasma nitriding. However, due to the high temperatures used (500 to 600°C) currently in the nitriding process, there is an extensive formation of chromium nitride precipitates, with a consequent reduction in the material's corrosion resistance. The purpose of this work was to use plasma technology to nitride AISI 440C martensitic stainless steels at relatively low temperatures (300 to 400°C) in order to avoid nitride

precipitation, providing the maintenance of the steel's corrosion resistance. Having obtained a considerable increase in the surface hardness of the specimens, and consequently a greater resistance to wear.

**Keywords:** Nitriding, martensitic, nitrides, temperature.

## **1. Introdução**

Os aços inoxidáveis martensíticos são de extrema importância nos dias atuais, pois são amplamente utilizados em equipamentos para processos químicos, na indústria farmacêutica, indústria de alimentos, têxtil, petróleo, celulose, em componentes expostos a condições ambientais adversas e em baixas temperaturas. Dentre os aços inoxidáveis martensíticos, o de classificação AISI 440C, é um dos que se destaca em relação aos demais aços inoxidáveis martensíticos, proporcionando assim, maior dureza, resistência ao desgaste e a corrosão. (PINETO, C. E.; MONTEIRO, W. A.)

Entretanto, os aços inoxidáveis martensíticos em seu estado de fornecimento não possuem resistência mecânica satisfatória, precisando ser submetidos a tratamentos térmicos para a maximização de suas propriedades mecânicas. Por este motivo tem-se estudado várias alternativas com o intuito de modificar as propriedades superficiais destes aços melhorando, desta forma, as propriedades tribológicas, sem comprometer, no entanto, a resistência à corrosão, atendendo as necessidades industriais com tecnologia de qualidade.

Um dos processos a que os aços martensíticos são submetidos para ganho de resistência mecânica é o tratamento termoquímico de nitretação a plasma. A nitretação a plasma é um tratamento termoquímico superficial que vem sendo amplamente utilizado por possuir inúmeras vantagens quando comparado a outros processos de tratamento superficial, que tem por o objetivo melhorar propriedades mecânicas nas superfícies dos materiais, em destaque para o aumento da dureza superficial, melhora da resistência ao desgaste, à corrosão e à fadiga.

Seu emprego em aços inoxidáveis martensíticos por processos a gás, em banho de sais e a plasma, têm promovido um aumento significativo de dureza superficial e resistência ao desgaste. No entanto, a nitretação a plasma convencional normalmente promove a precipitação de nitretos de cromo, que ocorrem em elevadas temperaturas, as quais reduzem drasticamente a resistência à corrosão dos mesmos. Este fenômeno está associado à alta temperatura do processo, que leva a um empobrecimento do cromo nas regiões adjacentes aos precipitados, acarretando a perda da característica de inoxidabilidade do aço.

Portanto, partindo da necessidade de atender o mercado industrial com avanços tecnológicos, o presente projeto visou desenvolver o processo de nitretação em baixas temperaturas dos extratores de cloaca de aves a fim de evitar a precipitação de cromo na matriz microestrutural, processo que acarreta na corrosão superficial do aço. Para tal, foi realizado um estudo bibliográfico e ensaios mecânicos e químicos no laboratório de ensaios mecânicos e metalúrgicos (LABEMM) para caracterização dos resultados obtidos neste estudo proposto. Deste modo, o projeto pôde atingir resultados satisfatórios contribuindo com o desenvolvimento tecnológico, além de integrar os alunos tanto de Engenharia Mecânica quanto o Ensino Médio Integrado de Técnico em Mecânica, instigando-os a busca pelo conhecimento. O desenvolvimento pleno desse processo é de grande ganho tanto para a comunidade científica de modo que gera o aperfeiçoamento dos estudantes como também para o arranjo produtivo local.

## 2. Metodologia

A metodologia foi realizada através do estudo das propriedades obtidas na nitretação a baixa temperatura do aço AISI 440C, utilizado na fabricação de extratores cloacais de aves. Inicialmente uma revisão bibliográfica do comportamento da nitretação de aços martensíticos foi realizada para total conhecimento do processo. Logo após, o aço tratado foi submetido a uma série de ensaios para análise dessas propriedades, como descrito a seguir. Antes do processo de nitretação foram fabricados uma série de corpos de prova (CPs) de aço AISI 440C para analisar a repetibilidade dos resultados a serem obtidos.

Como o processo de nitretação requer que o aço já tenha passado por um tratamento térmico de têmpera e revenimento previamente, os CPs foram temperados e revenidos nas condições de tempo e temperatura determinados pelo Heat Treater 's Guide (HEAT TREATER'S GUIDE, 1982). Posteriormente passaram por um processo de polimento e medição de rugosidade superficial, a fim de melhorar a superfície nitretada, (GONTIJO, L.C. et al.).

O próximo passo foi definir os parâmetros a serem utilizados na câmara de nitretação, tais como, fixar a proporção de gases, selecionar as faixas de temperaturas e o tempo de processo, como demonstrado na tabela a seguir:

Tabela 1: Parâmetros de Nitretação

Parâmetros de nitretação AISI 440C			
Limpeza			
Composição dos gases	Temperatura	Tempo	Pressão
76% H <sub>2</sub> + 24% Ar	200 °C	30 minutos	4 mBar
Nitretação			
Amostra 1			
76% N <sub>2</sub> + 24% H <sub>2</sub>	300 °C	6 horas	4 mBar
Amostra 2			
76% N <sub>2</sub> + 24% H <sub>2</sub>	350 °C	6 horas	4 mBar
Amostra 3			
76% N <sub>2</sub> + 24% H <sub>2</sub>	400 °C	6 horas	4 mBar
Amostra 4			
76% N <sub>2</sub> + 24% H <sub>2</sub>	300 °C	3 horas	4 mBar

Amostra 5			
76% N <sub>2</sub> + 24% H <sub>2</sub>	350 °C	3 horas	4 mBar
Amostra 6			
76% N <sub>2</sub> + 24% H <sub>2</sub>	400 °C	3 horas	4 mBar

Com os parâmetros determinados, os CPs foram submetidos a nitretação em baixa temperatura na câmara de nitretação, desenvolvida pelos estudantes de Graduação em Engenharia Mecânica no Laboratório LABEMM do Instituto Federal Catarinense Câmpus Luzerna.

Finalizados os tratamentos termoquímicos de nitretação, os CPs foram identificados e submetidos aos ensaios de microdureza Vickers, seguindo a norma ASTM E384, posteriormente cortados e submetidos a preparação metalográfica para a obtenção das imagens, os CPs foram submetidos ao processo de embutimento seguindo a norma ASTM E3, onde se utilizou um encosto de chumbo para evitar efeitos de borda nas fotos, lixamento e polimento, e receberam um ataque químico, com reagente Marble (12g CuSO<sub>4</sub>, 40ml HCL, 40ml H<sub>2</sub>O), para que fosse revelada a camada nitretada e fosse possível realizar sua medição. Após, no microscópio óptico, foi investigada a microestrutura formada na camada nitretada. Após estes ensaios foi possível analisar se a proposta de nitretar o aço inoxidável AISI 440C a baixa temperatura mantém a resistência a corrosão, (SOUZA, R.M. et al.).

Com os resultados obtidos, os dados foram compartilhados inicialmente com a Junior Frigometal e posteriormente com as demais indústrias regionais a fim de melhorar o arranjo produtivo local. É necessário salientar que o conhecimento deste processo na região é escasso, sendo este estudo de grande importância no desenvolvimento de inovações tecnológicas, estimulando a comunidade em geral na busca pelo conhecimento. O processo também foi utilizado para as aulas no curso de Engenharia Mecânica.

### 3. Resultados Obtidos

Inicialmente foram realizados ensaios de análise química no Laboratório de Ensaios Mecânicos e Metalúrgicos - LABEMM do IFC - Câmpus Luzerna, os resultados estão presentes na tabela a seguir:

Tabela 2 - Análise Química aço AISI 440C

Análise Química (% de Massa)								
	C	Cr	Mn	Si	Mo	P	S	Fe
CPs	1,0	17,2	0,98	0,95	0,7	0,03	0,02	Bal.
AISI 440C	0,95 - 1,2	16,0 - 18,0	1,0	1,0	0,75	0,040	0,030	Bal.

Após a análise química, e a confecção dos corpos de prova, deu-se início ao processo de lixamento da superfície para darmos seguimento ao processo de têmpera e revenimento. Para o processo de têmpera, os parâmetros utilizados foram os especificados pelo Heat Treater 's Guide (HEAT TREATER'S GUIDE, 1982), sendo a temperatura de 1010°C durante 30 minutos, resfriado em óleo. Para o revenimento foram utilizados a temperatura de 400°C durante 2 horas resfriado ao ar. Assim foi atingida uma dureza superficial para as 6 amostras demonstrados na tabela a seguir:

Tabela 3: Dureza após Têmpera e Revenimento

Medição de Dureza HV (Hardness Vickers) 100g.						
Medição	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Amostra 6
1	490	489	488	510	508	506
2	480	493	472	475	493	498
3	479	482	467	467	478	479
4	490	482	476	510	491	483
5	479	490	478	497	501	501
Média	483	486	476	492	494	493
Desvio Padrão	5,85	4,96	7,8	19,9	11,3	11,8

Após o processo de têmpera e revenimento, foi novamente realizado o processo de lixamento e polimento das amostras, obtendo um acabamento espelhado nas 6 amostras utilizadas. A medição de rugosidade também foi executada obtendo valores que estão demonstrados na tabela 4:

Tabela 4: Medição de Rugosidade Superficial

Medição de Rugosidade Ra						
Medição	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Amostra 6
1	0,2	0,18	0,2	0,23	0,19	0,22
2	0,19	0,2	0,18	0,2	0,23	0,21
3	0,18	0,19	0,17	0,18	0,2	0,2

<b>4</b>	0,18	0,16	0,2	0,15	0,18	0,18
<b>5</b>	0,11	0,2	0,2	0,2	0,21	0,2
<b>Média</b>	0,16	0,18	0,19	0,19	0,2	0,2
<b>Desvio Padrão</b>	0,01	0,02	0,01	0,02	0,02	0,02

A baixa rugosidade das amostras é de grande importância para as amostras, pois afeta diretamente a profundidade da camada nitretada, quanto menor a rugosidade superficial, menor a adsorção, restando menores quantidades de hidrogênio atômico e facilitando a decomposição da amônia, tornando a camada nitretada homogênea. Um outro mecanismo que pode explicar a maior dificuldade de nitretação em superfícies mais rugosas é o efeito do processo de acabamento, isto é, durante o acabamento mais grosseiro são geradas maiores tensões na superfície do material, dificultando a difusão do nitrogênio, (GOBBI, V. J., 2009).

Finalizadas as medições de dureza e rugosidade, deu-se início os ensaios de nitretação nos CPs, utilizando os parâmetros estabelecidos demonstrados pela tabela 4:

Nota-se que para a limpeza das amostras a mesma composição de gases e tempo foi empregado. Já para a nitretação das amostras, foram utilizadas variações no tempo e na temperatura do processo, com o intuito de obtermos diferentes dados, pois estão diretamente ligados às diferenças de profundidade da camada nitretada obtida.

Após o término do processo de nitretação, as amostras foram submetidas ao processo de preparação metalográfico, para análise de dureza e microscopia óptica. Com valores de dureza demonstrados pela tabela 5:

Tabela 5: Dureza Superficial após Nitretação

<b>Medição de Dureza HV (Hardness Vickers) 10g</b>						
	<b>Amostra 1</b>	<b>Amostra 2</b>	<b>Amostra 3</b>	<b>Amostra 4</b>	<b>Amostra 5</b>	<b>Amostra 6</b>
<b>Medida 1</b>	742	1461	1411	707	822	1411
<b>Medida 2</b>	781	1319	1411	673	867	1461
<b>Medida 3</b>	706	1319	1756	706	916	1364
<b>Medida 4</b>	706	1415	1690	706	916	1124
<b>Medida 5</b>	742	1514	1756	707	915	1235
<b>Média</b>	735	1406	1605	700	887	1186
<b>Desvio Padrão</b>	31	86	179	15	42	138

Nas amostras percebe-se que a variação da dureza superficial na camada nitretada tem relação direta com a temperatura e tempo do ensaio, dentro do limite de 300°C a 400 °C, quanto maior a temperatura e tempo de permanência na câmara de nitretação observou-se uma maior camada nitretada.

As imagens foram obtidas através de microscópio óptico com aumento de 1000X, com resultados demonstrados nas imagens abaixo:

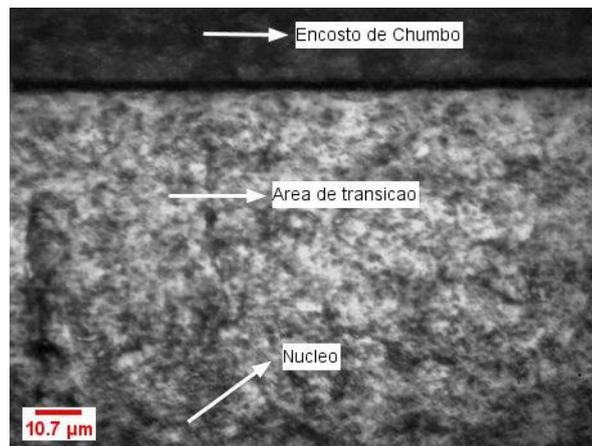


Imagem 1: Amostra 1, nitretada a 300°C por 6h. 1000X.

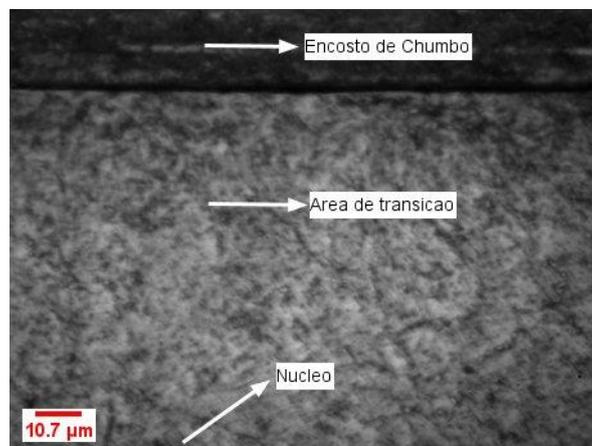


Imagem 2: Amostra 4, nitretada a 300°C por 3h. 1000X.

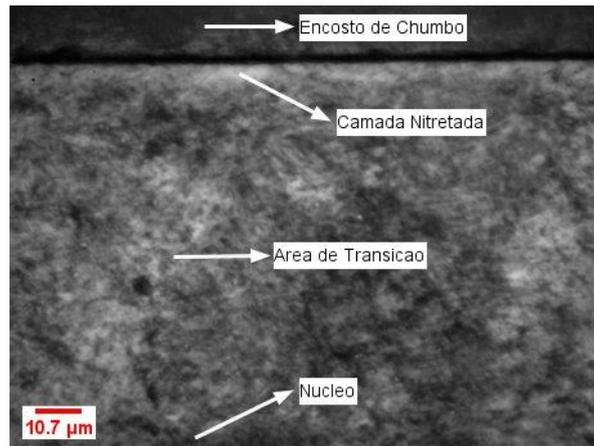


Imagem 3: Amostra 2, nitretada a 350°C por 6h. 1000X.

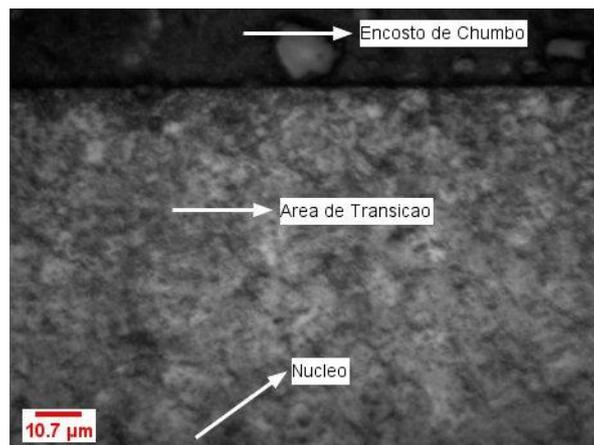


Imagem 4: Amostra 5, nitretada a 350°C por 3h. 1000X.

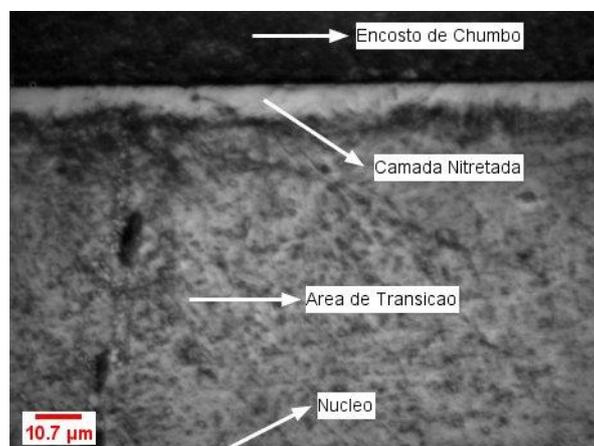


Imagem 5: Amostra 3, nitretada a 400°C por 6h. 1000X.

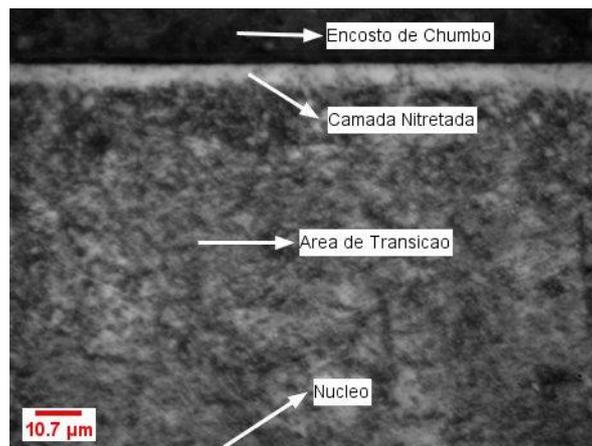


Imagem 6: Amostra 6, nitretada a 400°C por 3h. 1000X.

Como demonstrado nas imagens, fica claro que as amostras nitretadas a 400°C com tempo variando entre 3 e 6 horas, e 350°C por 6 horas, apresentaram camada nitretada visível, com profundidades de camadas apresentadas na tabela a seguir:

Tabela 6: Profundidade da Camada Nitretada

Profundidade da camada Nitretada (μm)		
Amostra 3	Amostra 6	Amostra 2
8,29μm	6,61μm	4,92μm

#### 4. Conclusão

Com base nos resultados obtidos durante a pesquisa, podemos concluir que a nitretação a plasma do aço AISI 440C proporcionou excelentes resultados, que garantiram um grande aumento da resistência ao desgaste da superfície do material,(GOBBI, V. J.), garantindo um aumento da vida útil de ferramentas que sejam submetidas ao mesmo processo de nitretação, assim garantindo um aumento extremamente significativo da vida útil de tais ferramentas.

Durante os processos de nitretação notou-se que para a combinação de baixa temperatura e tempo, não foi possível obter uma camada nitretada visível, porém ainda houve um aumento na dureza e resistência superficial. Para as amostras que se obteve camada nitretada visível, não foram detectadas formações de carbonetos e nitretos de cromo, os quais poderiam prejudicar a resistência superficial das amostras.

#### 4. Referências

GOBBI, V. J. *Influência da Nitretação a Plasma na Resistência ao Desgaste Microabrasivo do Aço Ferramenta AISI D2*. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM - 136/09.

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, DF.

**GONTIJO, L.C. et al.** *Comparação entre os comportamentos dos aços inoxidáveis aisi 304l e aisi 316l nitretados a plasma.* Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, [S. l.], v. 26, n. 3, p. 145-150, 5 maio 2007.

**JÚNIOR, C. A.** *Nitretação a Plasma - Fundamentos e Aplicações.* [S. l.: s. n.].

**PINETO, C. E.; MONTEIRO, W. A.** *Tratamento térmico e de nitretação sob plasma do aço inoxidável martensítico aisi 420.* Tecnol. Metal. Mater. Miner, [S. l.], v. 8, p. 1-5, 16 out. 2011.

**SOUZA, R.M. et al.** *Nitretação iônica em gaiola catódica do aço inoxidável martensítico AISI 420.* Revista Matéria, [S. l.], v. 13, p. 104-109, 16 out. 2008.

**WOLFART JUNIOR, M.** *Nitretação a plasma do aço ABNT 316L em baixas temperaturas.* 2002. 103 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais, Programa de Pós-graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

**YAGITA, K. et al.** *Plasma Nitriding Treatment of High Alloy Steel for Bearing Components.* NTN TECHNICAL REVIEW, [S. l.], n. 78, p. 33-40, 16 out. 2010.