



NAYARA GABRIELLI BORGES DE ALCÂNTARA

**INVESTIGAÇÃO EXPERIMENTAL DO EFEITO DOS CICLOS
TÉRMICOS NA CAMADA NITRETADA DE FERRAMENTAS
PARA A EXTRUSÃO DE PERFIS DE ALUMÍNIO EM FORNOS
DE PRÉ-AQUECIMENTO**

LAVRAS - MG

2020

NAYARA GABRIELLI BORGES DE ALCÂNTARA

**INVESTIGAÇÃO EXPERIMENTAL DO EFEITO DOS CICLOS TÉRMICOS NA
CAMADA NITRETADA DE FERRAMENTAS PARA A EXTRUSÃO DE PERFIS DE
ALUMÍNIO EM FORNOS DE PRÉ-AQUECIMENTO**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Prof(a). Dr(a). Iara Hernandez Rodriguez
Orientador(a)

Prof(a). Dr(a). Isabele Cristina Bicalho
Coorientador(a)

**LAVRAS – MG
2020**

NAYARA GABRIELLI BORGES DE ALCÂNTARA

**INVESTIGAÇÃO EXPERIMENTAL DO EFEITO DOS CICLOS TÉRMICOS NA
CAMADA NITRETADA DE FERRAMENTAS PARA A EXTRUSÃO DE PERFIS DE
ALUMÍNIO EM FORNOS DE PRÉ-AQUECIMENTO
EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF THERMAL CYCLING EFFECTS IN THE
NITRIDED LAYERS OF DIES USED IN THE EXTRUSION OF ALUMINIUM
PROFILES AT PRE-HEATING OVENS**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

APROVADO em 24 de agosto de 2020.

Prof. Dr. Irineu Petri Júnior UFLA

Prof. Dr. Leonardo Pratavieira Deo UFLA

Prof(a). Dr(a). Iara Hernandez Rodriguez
Orientadora

Prof(a). Dr(a). Isabele Cristina Bicalho
Coorientadora

LAVRAS – MG

2020

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, aos meus pais, Nilson e Andréia, e meus irmãos, Nicolás e Nathan, minha amada família. Vocês sempre acreditaram em mim e fizeram o possível e o impossível para que eu pudesse perseguir meus sonhos. Vocês são minha maior motivação para seguir em frente!

A todos os companheiros de curso, em especial aos amigos Amanda Cristina, Amanda Santos, Marcela, Geraldo e Caroline, pelo companheirismo que certamente continuará pela vida! Obrigada pelos laços que criamos e por tantas experiências compartilhadas ao longo destes anos.

Às professoras Iara e Isabele, por aceitarem o convite da orientação de braços abertos e por toda a paciência, dedicação e tempo concedidos para o aprimoramento do trabalho.

Ao professor Leonardo e ao Cristian, que foram muito solícitos em ajudar com seus conhecimentos sobre o tema.

À Companhia Brasileira de Alumínio, por conceder todos os recursos necessários para a realização do trabalho. Às equipes das prensas e da ferramentaria do Departamento de Extrusão, pelo apoio à realização dos experimentos, e à equipe do Laboratório de Metalografia, em especial ao técnico Alexandro, por todo o tempo disponibilizado nas análises e compartilhando conhecimento.

À Universidade Federal de Lavras, por proporcionar anos de crescimento e inúmeras oportunidades. Serei eternamente grata por todas as experiências vividas.

A todos os amigos de Três Corações, Lavras, Sorocaba e de cada lugar pelo qual passei e que, direta ou indiretamente, tiveram sua contribuição nessa longa jornada.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Perfis extrudados de alumínio.	14
Figura 2 - Ilustração dos processos de extrusão a) direta e b) indireta.	14
Figura 3 - Ferramentas para a extrusão de perfis de alumínio.	15
Figura 4 - Componentes do ferramental para perfis a) sólidos e b) tubulares e semitubulares. ..	16
Figura 5 - Acabamento superficial das amostras de aço H13 após aquecidas a 480 °C por diferentes períodos: amostras no estado inicial, 2, 4 e 24 horas de exposição.....	19
Figura 6 - Perfil de dureza em amostras de aço H13 após aquecidas por diferentes períodos de tempo a 480 °C.....	19
Figura 7 – Nitretação gasosa e a) esquema da dissociação da amônia e b) representação esquemática do forno de nitretação a gás.....	23
Figura 8 – Diagrama de fases do sistema Fe-N.....	24
Figura 9 - Seção transversal da região nitretada de uma amostra apresentando a camada de compostos e a camada de difusão em a) micrografia e b) esquematização.	25
Figura 10 - Perfil de microdureza da camada nitretada.	25
Figura 11 - Técnicas de ensaio de dureza.	28
Figura 12 – Técnica de ensaio de dureza Vickers.....	29
Figura 13 - Fornos de ferramenta de múltiplos compartimentos da planta industrial do Departamento de Extrusão.	31
Figura 14 – Corpo de prova recortado pelo método de eletroerosão.	33
Figura 15 – Equipamentos utilizados para preparação das amostras a) embutidora metalográfica, b) lixadeira, c) lixadeira, d) politrizes e e) mangueira de ar comprimido.	33
Figura 16 – Microdurômetro utilizado.	34
Figura 17 - Microscópio integrado a um sistema computadorizado de análise de imagens.	34
Figura 18 - Corpos de prova confeccionados pela Ferramentaria a) antes e b) após o processo de nitretação.	35
Figura 19 – Amostra de aço H13 a) antes da preparação, b) após corte, c) após lixamento e polimento e d) após ataque químico.....	36
Figura 20 – Micrografia da camada nitretada da amostra após o ensaio de microdureza Vickers.	37
Figura 21 - Micrografias da camada nitretada a um aumento de 100x, com detalhe para as regiões da camada nitretada da amostra H13-NIT.	39
Figura 22 - Micrografias da camada nitretada da amostra H13-NIT a um aumento de (a) 50x e (b) 1000x, com detalhe para a profundidade da camada nitretada e espessura da camada branca.	39

Figura 23 - Perfil de microdureza Vickers da amostra H13-NIT.....	41
Figura 24 - Corpos de prova antes e após de passar por quatro ciclos de 4, 8 e 24 horas nos fornos de ferramentas na presença de nitrogênio e de ar atmosférico.	42
Figura 25 - Perfil de microdureza ao longo da profundidade das amostras submetidas aos ciclos térmicos de 4, 8 e 24 horas na presença de a) nitrogênio e b) ar atmosférico.....	43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação dos perfis extrudados de acordo com as características da seção transversal.....	15
Tabela 2 - Classificação AISI dos aços ferramenta.....	20
Tabela 3 - Composição química do aço AISI/SAE H13.....	21
Tabela 4 – Identificação dos corpos de prova e respectivos testes realizados em cada um.....	30
Tabela 5 - Composição química (em peso) e dureza da amostra H13.....	38
Tabela 6 - Profundidade da camada nitretada e espessura da camada branca da amostra H13-NIT.....	40
Tabela 7 – Perfil de microdureza Vickers da camada nitretada na amostra H13-NIT.....	40
Tabela 8 - Perfil de microdureza para amostras submetidas aos ciclos térmicos na presença de ar atmosférico e de nitrogênio por diferentes tempos.....	42

RESUMO

Dentre as variadas formas de fabricação nas quais o alumínio e suas ligas podem ser submetidos, destaca-se o processo de transformação termomecânica de extrusão, em que um tarugo de alumínio é reduzido em sua seção transversal quando forçado a fluir através do orifício de uma matriz, sob altas pressões e temperaturas. A fim de evitar falhas prematuras e diminuir as perdas de produção, uma etapa de pré-aquecimento dessas matrizes é essencial em um processo de extrusão moderno, mas é raramente controlado com a mesma rigidez que o resto do processo. O aço H13 nitretado, utilizado para confecção das matrizes, oxida quando aquecido por longos períodos de tempo nos fornos, perdendo dureza e propriedades da superfície da camada responsável pela sua resistência contra desgaste, fadiga, corrosão e calor. O objetivo geral deste trabalho é avaliar o efeito dos ciclos térmicos nas propriedades da camada nitretada de ferramentas de extrusão de alumínio em fornos de pré-aquecimento. Foram confeccionados corpos de prova sob mesmas condições das ferramentas de extrusão e foi realizada a caracterização do aço H13 antes e após a nitretação, avaliando-se o efeito do tempo de exposição e o uso de atmosfera protetora de nitrogênio nos fornos. Para isso, submeteram-se os corpos de prova de aço H13 nitretado a quatro ciclos de 4, 8 e 24 horas de exposição em fornos de ferramentas a 480°C sob atmosferas de ar e nitrogênio. Caracterizaram-se as amostras através do perfil de microdureza Vickers e microestrutura da camada nitretada por técnica de microscopia ótica. A composição química e dureza iniciais do aço foram avaliadas e os valores medidos se mostraram dentro das faixas especificadas, com exceção do teor de silício (0,04% abaixo do especificado). Da análise da camada nitretada, a profundidade da região nitretada e da camada branca foram de $422,25 \pm 11,39 \mu\text{m}$ e $7,06 \pm 3,99 \mu\text{m}$, respectivamente, com perfil de microdureza decaindo gradualmente ao longo da zona de difusão até a dureza do substrato, o que está de acordo com dados da literatura. Da análise do efeito do tempo de exposição nos fornos de ferramentas sob atmosfera de nitrogênio, as amostras de aço submetidas a ciclos de 24 horas nos fornos mostraram um aspecto mais escurecido, indicando uma maior oxidação superficial, e com valores de microdureza inferiores aos das amostras submetidas a ciclos de 4 e 8 horas. Não foi possível avaliar o efeito do uso de nitrogênio como atmosfera protetora devido a incapacidade de se medir a dureza superficial da camada nitretada. Conclui-se que a dureza da camada nitretada é reduzida quando as ferramentas são expostas a altas temperaturas nos fornos por tempos superiores a 8 hora. A relevância desse resultado para uma planta de extrusão é a identificação da necessidade de se reduzir esse tempo de permanência para preservar as propriedades de dureza, e, conseqüentemente prolongar a vida útil da ferramenta.

Palavras-chave: Nitretação, ferramentas de extrusão, aço-ferramenta H13.

ABSTRACT

Among all of the forms that aluminium and its alloys can be produced, in the thermomechanical process of the extrusion a billet is reduced in its transversal section when forced to flow through a hole in a die under high conditions of pressure and temperature. In order to avoid failures and decrease production losses, a die pre-heating system is essential in a modern extrusion process, but it is rarely controlled with the same rigor as the rest of the process. The nitrided H13 tool steel, material used in these dies, oxidizes when heated for prolonged times at the ovens, losing hardness and superficial properties of the layer responsible for resistance to wear, fatigue, corrosion and heat. The main aim of this work was evaluating the thermal cycling effects in the nitrided layer properties of the extrusion dies at preheating ovens and the specific ones were making samples at the same conditions of the extrusion dies, characterizing the H13 tool steel before and after nitriding, evaluating the effect of different times of exposure and the utilization of a nitrogen protector atmosphere in the ovens. For this purpose, the samples were exposed to four cycles of 4, 8 and 24 hours in die ovens, under the presence of nitrogen and air atmospheres. The samples were characterized through Vickers microhardness profile and optical microscopy. The chemical H13 tool steel composition and initial hardness were in accord to the standards, except for the silicon (0,04% under the tolerance). From the nitrided layer analysis, the depth of the nitrided zone and the white zone were $422,25 \pm 11,39 \mu\text{m}$ and $7,06 \pm 3,99 \mu\text{m}$, with a microhardness profile gradually decreasing along the diffusion zone up to the steel matrix, which is coherent with the literature. Regarding the effect of different times of exposure under nitrogen atmosphere, the samples exposed to 24 hours cycles showed a visual darker aspect, indicating a higher superficial oxidation and lower microhardness values than the samples which were exposed for 4 and 8 hours cycles. It wasn't possible evaluate the effect of using nitrogen as a protector atmosphere due the limitation of measuring the nitrided layer superficial hardness. It is concluded that the nitrided layer hardness decreases when extrusion dies are left in the oven for time periods longer than 8 hours and the relevance of this for an extrusion plant is the necessity of reducing the time that the dies remain under high temperatures in the ovens in order to preserve the hardness properties and, consequently, increasing their useful lives.

Keywords: Nitriding, extrusion dies, H13 tool steel.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	3
LISTA DE FIGURAS	4
LISTA DE TABELAS.....	6
RESUMO	7
ABSTRACT	8
SUMÁRIO.....	9
1 INTRODUÇÃO.....	11
2 REFERENCIAL TEÓRICO.....	13
2.1 Extrusão de perfis em alumínio	13
2.1.1 Processo de extrusão de perfis de alumínio.....	14
2.1.2 Matrizes de extrusão	15
2.1.1.1 Processo tradicional de fabricação do ferramental de extrusão.....	16
2.1.1.2 Desempenho de matrizes	16
2.1.1.3 Pré-aquecimento de ferramentas.....	17
2.2 Aços-ferramenta	20
2.2.1 Aços para trabalho a quente.....	21
2.2.2 Nitretação	22
2.2.2.1 Nitretação gasosa	22
2.2.2.2 Estrutura e formação da camada nitretada	23
2.3 Caracterização do aço.....	25
2.3.1 Análise metalográfica	25
2.3.1.1 Técnica micrográfica	26
2.3.2 Ensaio de dureza	28
3 METODOLOGIA	30
3.1 Confeção dos corpos de prova.....	30
3.2 Experimentos de simulação dos ciclos das ferramentas	30
3.3 Caracterização.....	32

3.3.1	Preparação metalográfica.....	32
3.3.2	Construção do perfil de microdureza Vickers	33
3.3.3	Análises metalográficas	34
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	35
4.1	Confeção dos corpos de prova	35
4.2	Preparação metalográfica.....	36
4.3	Ensaio de microdureza Vickers	36
4.4	Caracterização das amostras	37
4.4.1	Caracterização do aço H13	38
4.4.2	Caracterização da camada nitretada.....	38
4.4.3	Efeito de diferentes tempos de exposição nos fornos.....	41
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	45
6	CONCLUSÕES	46
	REFERÊNCIAS	47

1 INTRODUÇÃO

Uma excepcional combinação de propriedades faz do alumínio um dos mais versáteis materiais utilizados na engenharia, seja em construções ou em uma vasta gama de aplicações. Baixo peso específico, elevada condução de energia, impermeabilidade, opacidade, alta relação resistência/peso, beleza, durabilidade, maleabilidade, soldabilidade, resistência à corrosão, dureza, possibilidade de variados acabamentos e reciclagem são características que o tornam tão competitivo. Muitas, senão a maioria das aplicações, requerem essa extrema versatilidade que somente o alumínio possui, combinando duas ou mais de suas características.

Dentre as variadas formas de fabricação nas quais o alumínio e suas ligas podem ser submetidos, destaca-se o processo de transformação termomecânica de extrusão, em que um tarugo de alumínio é reduzido em sua seção transversal quando forçado a fluir através do orifício de uma matriz, sob altas pressões e temperaturas. O processo de extrusão do alumínio é utilizado comercialmente desde o final do século XIX e teve grande incremento no contexto da Segunda Guerra Mundial, em que extrudados eram produzidos em grandes quantidades para componentes aeronáuticos; após isso, houve uma rápida expansão do seu uso no pós-guerra (ABAL, 2014). Atualmente, a infinidade de geometrias, ligas e têmperas e possibilidades de acabamentos possibilitam as mais variadas aplicações, nos mais diversos setores tais como: construção civil, indústrias de bens de consumo, indústria elétrica e transportes.

O desempenho das matrizes ou ferramentas de extrusão está diretamente relacionado com a produtividade, custo e qualidade dos perfis extrudados e tem-se a necessidade de que os componentes ferramentais estejam aquecidos à temperatura adequada ao processo de extrusão, minimizando gradientes de temperatura entre componentes e *billet* de alumínio. Sendo assim, a fim de evitar falhas prematuras e diminuir as perdas de produção, um sistema de pré-aquecimento dessas matrizes é essencial em um processo de extrusão moderno, mas é raramente controlado com a mesma rigidez que o resto do processo.

Sabe-se que, aços H13 nitretados – material das matrizes - oxidam quando aquecidos por longos períodos de tempo nos fornos, perdendo dureza e propriedades da superfície dessa camada responsável pela sua resistência contra desgaste, fadiga, corrosão e calor. Do ponto de vista prático, a preocupação com a oxidação das ferramentas é relevante por duas razões: a qualidade do acabamento do perfil e o efeito na camada nitretada. Entretanto, são escassos os trabalhos experimentais que avaliem o efeito da exposição à temperatura na camada nitretada de ferramentas de aço H13.

Dado o exposto, o objetivo geral deste trabalho é avaliar o efeito dos ciclos térmicos nas propriedades da camada nitretada de ferramentas de extrusão de alumínio em fornos de pré-aquecimento.

Os objetivos específicos do trabalho são:

- a) Confeccionar amostras de aço H13 com iguais condições de composição e propriedades das ferramentas de extrusão, incluindo o processo de nitretação;
- b) Caracterizar o aço H13 utilizado através de análise de composição química e ensaio de dureza;
- c) Caracterizar a camada nitretada através de análises metalográficas e construção do perfil de microdureza;
- d) Realizar experimentos com os corpos de prova confeccionados que simulem as condições às quais as ferramentas são submetidas, variando o tempo de exposição à temperatura;
- e) Avaliar e comparar resultados de aspecto visual e propriedades mecânicas em amostras que tenham sido submetidas ou não aos ciclos térmicos em seus diferentes tempos de exposição;
- f) Estudar o efeito do uso ou não do nitrogênio como atmosfera protetora sobre a camada nitretada.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Neste item será abordada a visão geral do processo de extrusão de alumínio e as matrizes de extrusão, o aço e o processo de nitretação; e por fim as técnicas utilizadas para caracterização das propriedades de interesse do aço.

2.1 Extrusão de perfis em alumínio

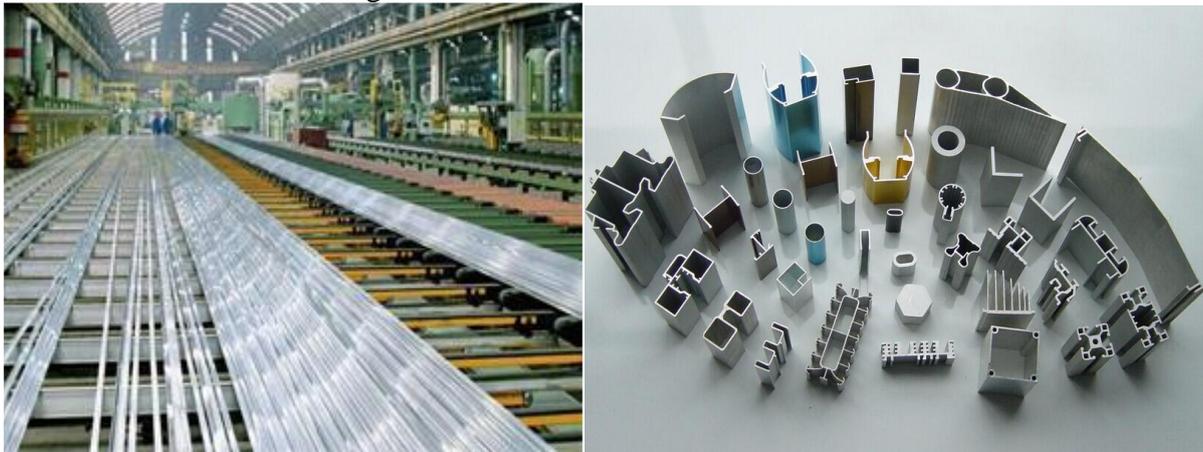
Não é ao acaso que o alumínio é um dos metais mais utilizados no mundo todo. Além da vasta gama de aplicações, a utilização do alumínio também confere maior competitividade aos produtos, considerando-se a sua excelente performance e atributos favoráveis, tais como (CCAL, 2019):

- a) Baixo peso específico;
- b) Elevada condutividade térmica;
- c) Impermeabilidade e opacidade;
- d) Alta relação resistência/peso;
- e) Beleza;
- f) Durabilidade;
- g) Maleabilidade e soldabilidade;
- h) Resistência à corrosão;
- i) Resistência mecânica e dureza;
- j) Possibilidade de variados tipos acabamentos;
- k) Muitas possibilidades de reciclagem.

Uma importante vantagem é a facilidade com a qual o alumínio pode ser fabricado em várias formas: pode ser fundido por qualquer método conhecido, laminado a espessuras até menores que as de folhas de papel, conformado em chapas que podem ser estampadas, cunhadas, repuxadas e corrugadas, forjado, impactado ou extrudado em uma infinidade de perfis de seção transversal constante e de grande comprimento (ABAL, 2014).

Estes últimos, em geral, são utilizados na fabricação de vários outros produtos de alumínio e representam a possibilidade de escalabilidade na etapa produtiva dos clientes, uma vez que se torna mais fácil trabalhar com esse material padronizado. A combinação das diferentes geometrias, a ampla disponibilidade de ligas e têmperas e acabamentos superficiais permite que perfis extrudados atendam às mais variadas aplicações, como os setores de construção civil, bens de consumo, indústria elétrica, transportes e automotivo (ABAL, 2019). A Figura 1 exemplifica perfis de longos comprimentos ainda no leito da prensa e as seções transversais de diferentes perfis extrudados.

Figura 1 - Perfis extrudados de alumínio.

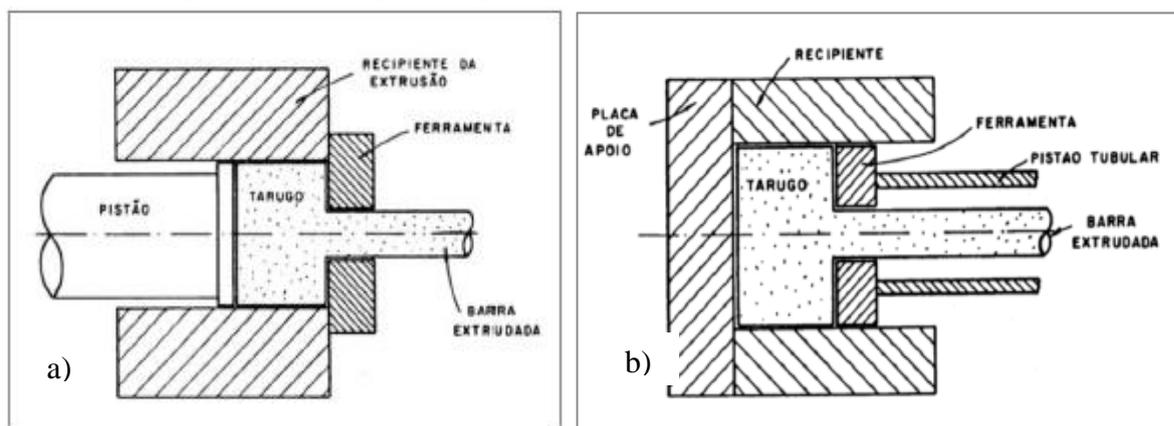


Fonte: Aluminovo (2020).

2.1.1 Processo de extrusão de perfis de alumínio

A extrusão de perfis de alumínio é um processo de transformação termomecânica, no qual um tarugo é reduzido em sua seção transversal quando forçado a fluir através do orifício de uma matriz (ou ferramenta), sob altas pressões e temperaturas (ABAL, 2014). Dentre os processos de extrusão, os mais utilizados são os do tipo direto e indireto, ilustrados na Figura 2. A extrusão direta consiste em empurrar o tarugo em direção à matriz pela ação de um êmbolo (ou pistão). Já na indireta (ou inversa), o pistão e a matriz são mantidos estacionários, enquanto o recipiente e o tarugo são movimentados (OTTANI, 2018; SAHA, 2000).

Figura 2 - Ilustração dos processos de extrusão a) direta e b) indireta.



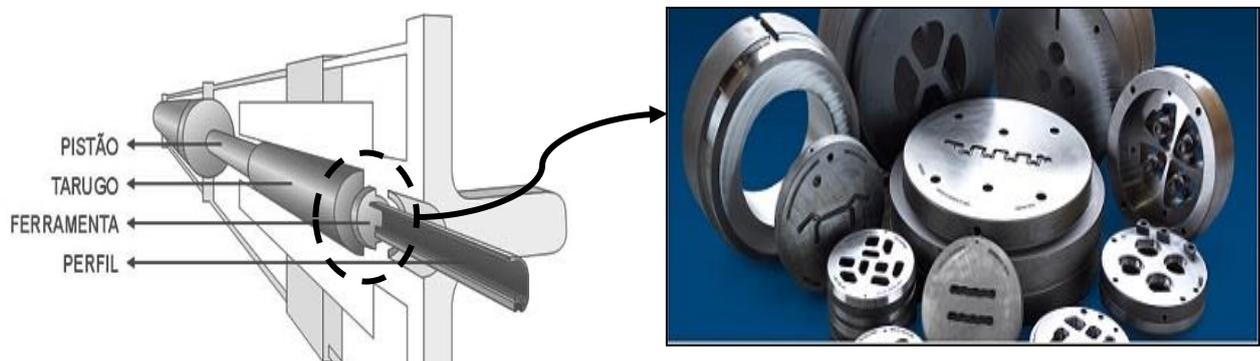
Fonte: Bresciani (2011).

O processo de extrusão necessita também de equipamento auxiliares, como fornos para aquecimento dos tarugos e do conjunto ferramental e para tratamento térmico de perfis, bem como equipamentos para o esticamento dos perfis, transporte e corte dos produtos extrudados (ABAL, 2014).

2.1.2 Matrizes de extrusão

A Figura 3 apresenta os componentes gerais de uma prensa de extrusão de alumínio, com detalhe para as ferramentas ou matrizes de extrusão. Estas últimas são feitas de aço e são componentes de um conjunto ferramental que varia de acordo com as características do perfil a ser extrudado. De acordo com as características da sua seção transversal, os perfis extrudados podem ser divididos em sólidos, tubulares e semi-tubulares, como mostrado na Tabela 1. Cada tipo de perfil especifica quais os encostos necessários (FIGURA 4), cujas identificação e manutenção são tão importantes quanto da matriz. A partir de então, dá-se início ao processo de fabricação dos componentes do ferramental de extrusão.

Figura 3 - Ferramentas para a extrusão de perfis de alumínio.



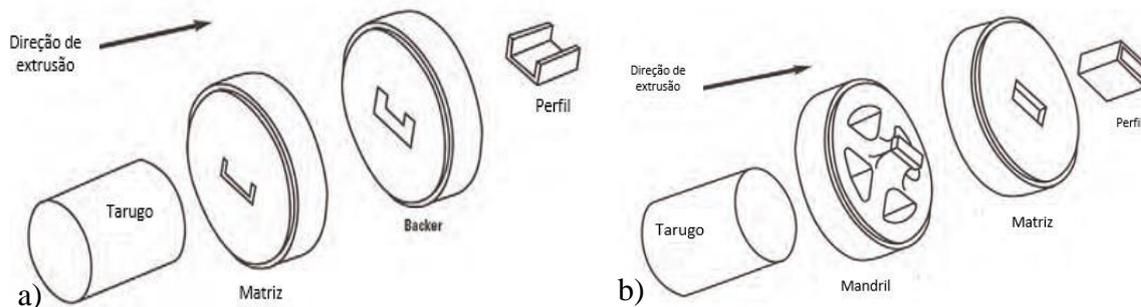
Fonte: Adaptado de Hyspex (2020).

Tabela 1 - Classificação dos perfis extrudados de acordo com as características da seção transversal.

Tipo de perfil	Característica da seção transversal	Ilustração
Sólidos	Não possui nenhum vazio totalmente circunscrito por metal.	
Tubulares	Possui pelo menos um vazio totalmente circunscrito por metal.	
Semi-tubulares	Possui vazios parcialmente circunscritos por metal.	

Fonte: adaptado de ABAL (2014).

Figura 4 - Componentes do ferramental para perfis a) sólidos e b) tubulares e semitubulares.



Fonte: Adaptado de Aluminium Extruders Council (2014) e Ottani (2018).

2.1.1.1 Processo tradicional de fabricação do ferramental de extrusão

É importante entender-se o processo de confecção de uma matriz (ABAL, 2014). Os desenhos dos perfis podem ser fechados ou exclusivos, que é quando é específico para determinado cliente. É denominado aberto quando pode ser produzido para qualquer cliente. A partir desse desenho dá-se início ao projeto do ferramental.

O aço previamente especificado normalmente são os aços-ferramentas para trabalho a quente. Este é cortado, passa para os tornos e são usinados de modo a definir o formato exterior, os furos e elaborar as entradas dos perfis tubulares e saídas de matrizes sólidas. Após a usinagem, a peça é tratada termicamente por têmpera e revenimento, que conferem a dureza requerida para as pressões a que será submetida.

Depois dessas etapas, o aço vai para a retificação e logo após ao processo de eletroerosão (*Electrical Discharge Machine – EDM*), que cortará o talão da matriz. Em seguida, a ferramenta passa para o processo de polimento e programação experimental na prensa de extrusão, etapa dispensável caso haja confiança suficiente no processo.

Antes de se entrar na etapa de produção normal, a matriz deve passar pelo tratamento termoquímico de nitretação, que aumenta a resistência mecânica superficial e, conseqüentemente, permite a obtenção de maiores valores de velocidade de extrusão, acabamentos superficiais e maior vida útil das ferramentas. As matrizes de extrusão podem ser nitretadas diversas vezes ao longo da sua vida útil, necessidade que pode ser identificada através de reagentes químicos ou pela sensibilidade de um ferramenteiro experiente.

2.1.1.2 Desempenho de matrizes

O desempenho das matrizes está diretamente relacionado com a produtividade, custo e qualidade dos perfis extrudados. Muitas vezes as matrizes utilizadas devem ser descartadas e substituídas por novas para a viabilidade de produção dos perfis. Para a produção de perfis de alumínio, uma matriz deve atender os seguintes requisitos (OTTANI, 2018):

- a) Baixo custo de manufatura;
- b) Dimensões precisas do ferramental e produto extrudado;
- c) Vida útil máxima possível em trabalho;
- d) Comprimento máximo possível do perfil extrudado;
- e) Boa qualidade superficial do material extrudado;
- f) Altas velocidades de extrusão.

A vida útil da matriz, que é normalmente medida em toneladas aprovadas e produzidas, está diretamente ligada à capacidade da ferramenta em manter os requisitos citados. O desgaste é o principal fator na determinação da vida útil da ferramenta e se torna cada vez mais atuante à medida que a dureza superficial diminui com a exposição a altas temperaturas do processo. Sendo assim, o aumento da resistência ao desgaste é uma das formas de prolongamento da vida útil da ferramenta. Este pode ser atingido através de tratamentos superficiais da ferramenta, dos quais um dos mais utilizados é a nitretação a gás devido à simplicidade e custo do processo. Este processo confere uma camada de natureza cerâmica que aumenta a resistência contra desgaste, fadiga, corrosão e calor, características estas que são fundamentais para a aplicação (SILVA, 2008).

2.1.1.3 Pré-aquecimento de ferramentas

A fim de garantir um bom desempenho da ferramenta e minimizar o tempo requerido para atingir as condições estacionárias de extrusão, um sistema de pré-aquecimento das matrizes é essencial em um processo de extrusão moderno (SAHA, 2000). Esta prática aumenta a tenacidade do aço, reduz as tensões associadas a choque térmico, bem como perdas térmicas quando o tarugo entra em contato com as ferramentas. Na prática, isso traz benefícios ao processo (CASTLE & AVENT, 2004; 2012), sendo eles:

- a) Reduzir o risco de falhas prematuras das matrizes;
- b) Reduzir a quantidade de descarte do início da produção, atribuída ao fluxo não uniforme de metal;
- c) Evitar o custo de produção perdida associado a tarugos presos.

Os fornos de ferramentas com múltiplos compartimentos (ou comumente chamados de gavetas) têm substituído os tradicionais do tipo *top loading chest*, aqueles com apenas um compartimento que acomoda todas as ferramentas. Neste sistema, cada gaveta com sua ferramenta

específica possui sistemas separados de controle de aquecimento e temperatura. Desenvolveu-se também um tipo de forno com múltiplos compartimentos para manter cada ferramenta a uma determinada temperatura e sob uma atmosfera de nitrogênio (FIELDING, 2004). Seu *design* melhora a vida útil da ferramenta, enquanto proporciona proteção à oxidação quando expostas a temperaturas elevadas, resultando em uma melhor qualidade de acabamento superficial do perfil. A temperatura é bem controlada e não é afetada pelos choques térmicos que ocorrem em um forno tradicional do tipo *chest* quando outras ferramentas são inseridas ou retiradas (FIELDING, 1998 apud SAHA, 2000).

A maioria dos fornos de ferramentas aquecem as ferramentas expostas ao ar atmosférico e, nesta situação, a oxidação do aço não pode ser evitada e o grau de extensão depende da temperatura e do tempo de exposição (FIELDING, 2004). Sabe-se que, aços H13 nitretados também oxidam quando aquecidos por longos períodos de tempo nos fornos, perdendo dureza e propriedades da superfície (BENEDYK, 2008).

Do ponto de vista prático, a preocupação com a oxidação das ferramentas é relevante por duas razões: a qualidade do acabamento do perfil e o efeito na camada nitretada (CASTLE & AVENT, 2004). Na primeira, uma superfície de matriz oxidada prejudica o acabamento superficial do perfil de alumínio. Na segunda, como efeito da oxidação, ocorre a remoção da camada nitretada e substituição pelo óxido de ferro. Os pites formados são posteriormente atacados, na etapa de limpeza da ferramenta, por ataque em soda cáustica, resultando no seu lascamento.

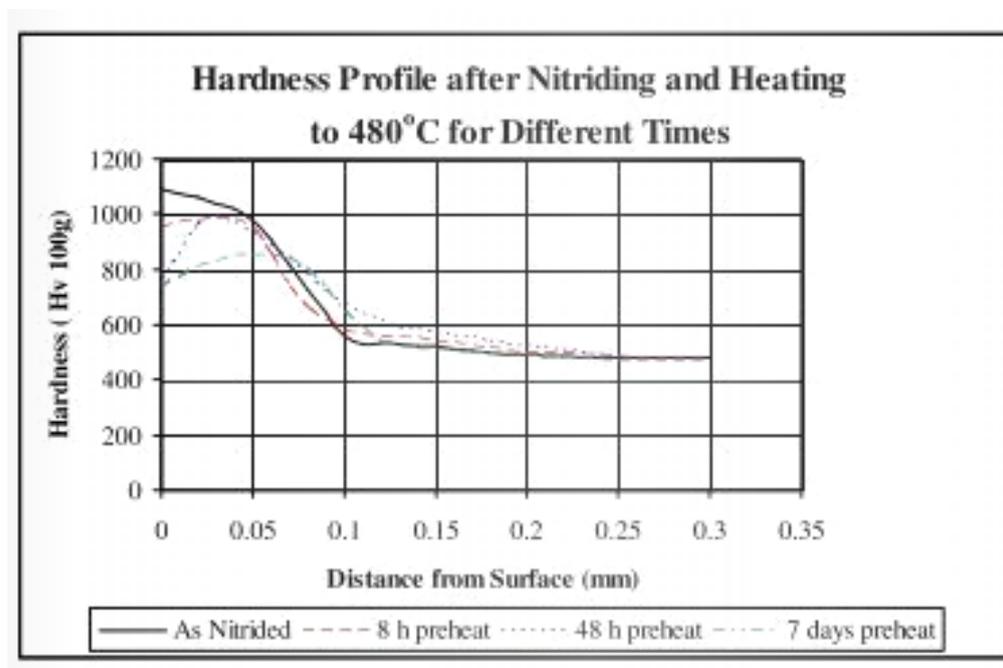
No estudo experimental realizado por Castle & Avent (2004) foi avaliado o efeito de diferentes tempos de aquecimento em fornos de circulação com ar atmosférico na camada nitretada de amostras de aço H13, através de análise visual e do perfil de dureza das amostras. Os resultados indicaram um escurecimento gradual das amostras com o aumento do tempo de exposição (FIGURA 5). Além disso, a dureza superficial decaiu significativamente com o aumento do tempo de preaquecimento, especialmente em tempos de exposição superiores a 8 horas. A Figura 6 apresenta o perfil de microdureza da camada nitretada ao longo de sua profundidade, na qual observa-se tanto a diminuição dos valores de dureza superficial quanto a suavização do perfil com o aumento do tempo de exposição à temperatura.

Figura 5 - Acabamento superficial das amostras de aço H13 após aquecidas a 480 °C por diferentes períodos: amostras no estado inicial, 2, 4 e 24 horas de exposição.



Fonte: Castle & Avent (2004).

Figura 6 - Perfil de dureza em amostras de aço H13 após aquecidas por diferentes períodos de tempo a 480 °C.



Fonte: Castle & Avent (2004).

Uma prática empregada com a finalidade de reduzir ou prevenir a oxidação da ferramenta é o uso de atmosfera inerte durante o seu aquecimento no forno. No entanto, alguns estudos colocaram a prova as reais vantagens desta prática. De acordo com as experiências do ramo, são permitidos tempos inferiores a oito horas sem grandes problemas na superfície da matriz, e não se recomenda exposições mais prolongadas que isto mesmo usando-se nitrogênio como atmosfera

inerte (MENZLER & BERGE, 2012).

Em outro estudo sobre a oxidação de ferramentas de aço H13 (HUSSEY & GRAHAM, 1998 apud FIELDING, 2008) se analisou o crescimento de óxido em ferramentas nitretadas e não nitretadas expostas ou não à atmosfera inerte de nitrogênio. Os autores concluíram que mesmo adicionando o nitrogênio como atmosfera inerte nos fornos de ferramenta do processo de extrusão, há oxigênio suficiente no sistema para oxidá-la, que se torna altamente reativa à temperatura. As paredes do forno e superfícies das ferramentas absorvem oxigênio quando expostas ao ar e, além disso, a formação de óxido não pode ser prevenida durante a transferência da ferramenta do forno para a prensa, quando a taxa de oxidação é maior nos primeiros minutos de exposição. O estudo concluiu que não há vantagem em se aquecer a ferramenta em atmosfera com nitrogênio comercial e alternativas para minimizar a oxidação seriam, por exemplo, diminuir o tempo de permanência das ferramentas à alta temperatura nos fornos e o tempo de transferência do forno para a prensa.

2.2 Aços-ferramenta

Apesar de haver uma dificuldade de definição exata para aço ferramenta, uma vez que é comum a venda de aços considerados ferramentas para diferentes aplicações, define-se aqui o aço ferramenta como conjunto de aços utilizado na fabricação de ferramentas de uso industrial, sejam manuais ou mecânicas (SILVA, 2008; GOMES, 2018). A Tabela 2 apresenta a classificação AISI para aços ferramentas, que leva em conta suas características metalúrgicas principais ou seu nicho de aplicação.

Tabela 2 - Classificação AISI dos aços ferramenta.

TIPO	DESIGNAÇÃO	APLICAÇÕES
O	Aços ferramentas para trabalho a frio-temperável em óleo (<i>Oil</i>)	Trabalho a frio
A	Aços ferramentas para trabalho a frio-temperável ao ar (<i>Air</i>)	Trabalho a frio
D	Aços ferramentas para trabalho a frio (<i>Deep</i>)	Trabalho a frio
H	Aços ferramentas para trabalho a quente (<i>Hot</i>)	Trabalho a quente
W	Temperáveis em água (<i>Water</i>)	Trabalho a frio
M	Aços rápidos ao molibdênio (<i>Molibden</i>)	Usinagem
T	Aços rápidos ao tungstênio (<i>Tungsten</i>)	Usinagem
P	Aços para moldes (<i>Plastics</i>)	Molde para injeção de plásticos
S	Resistentes ao choque (<i>Shock</i>)	Trabalho a frio ou a quente

Fonte: Gomes (2018).

Dentre os demais aços, os aços para aplicações em ferramentas estão entre os sujeitos às

mais rigorosas solicitações. Alguns aspectos gerais relacionados ao seu processamento, que podem limitar ou definir o desempenho dos produtos, são (SILVA, 2008):

- a) Homogeneidade de composição química e microestrutura;
- b) Limpeza interna, uma vez que inclusões metálicas têm grande influência no desempenho das ferramentas;
- c) Tratamento térmico, etapa essencial para o controle das propriedades físicas e mecânicas obtidas.

Enquanto os dois primeiros aspectos são definidos pelos processos de elaboração ou fabricação escolhidos, o terceiro, que faz parte da etapa de fabricação do aço, é geralmente realizado somente durante a fabricação da ferramenta.

2.2.1 Aços para trabalho a quente

Segundo Silva (2008), em geral, empregam-se para trabalho a quente, aços de média ou alta liga, na maior parte das vezes com baixo teor de carbono (0,25%-0,60%). Para aplicações de trabalho a quente é necessário que o aço apresente as seguintes propriedades:

- a) Resistência à deformação na temperatura de uso;
- b) Resistência ao impacto;
- c) Resistência à lavagem (erosão);
- d) Resistência à deformação no tratamento térmico;
- e) Usinabilidade;
- f) Resistência a trincas a quente.

Dentre os subgrupos da série H, os aços ligados com cromo tais como H11, H12 e H13, são mais comerciais e foram desenvolvidos para a fundição de alumínio sob pressão (injeção). Uma de suas aplicações típicas é em matrizes para a extrusão a quente. A Tabela 3 apresenta a composição química do aço do tipo H13.

Tabela 3 - Composição química do aço AISI/SAE H13.

Elemento	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni
Faixa de teor (%)	0,32- 0,45	0,80- 1,20	0,20- 0,50	4,75- 5,50	1,10- 1,75	0,80- 1,20	0,30 (máx.)

Fonte: ASM (2005).

O processamento de aço H13 comum envolve as seguintes etapas (SILVA, 2008):

- a) Recozimento;
- b) Têmpera, realizada em temperaturas por volta de 1020 °C para adquirir dureza;
- c) Revenimentos múltiplos (duplos ou triplos), que é o reaquecimento das peças

temperadas em temperaturas em torno de 600°C para aliviar tensões e acertar a dureza;

d) Nitretação.

Todo o tratamento térmico deve ser realizado a uma temperatura alta o suficiente para garantir a estabilidade estrutural do aço à temperatura de nitretação. Sendo assim, a temperatura mínima do revenimento está, geralmente, 30°C acima da temperatura máxima a ser usada na nitretação (ASM, 1991).

2.2.2 Nitretação

A nitretação consiste em um tratamento termoquímico no qual, através da introdução de nitrogênio na superfície do aço, obtém-se uma camada de natureza cerâmica, buscando-se o aumento da resistência do aço contra desgaste, fadiga, corrosão e calor, características estas que são fundamentais para a aplicação em matrizes para a extrusão de alumínio a quente (ABAL, 2014; ASM, 1991).

Este tratamento pode ser conduzido de três formas diferentes, sendo elas (ABAL, 2014; ASM, 1991):

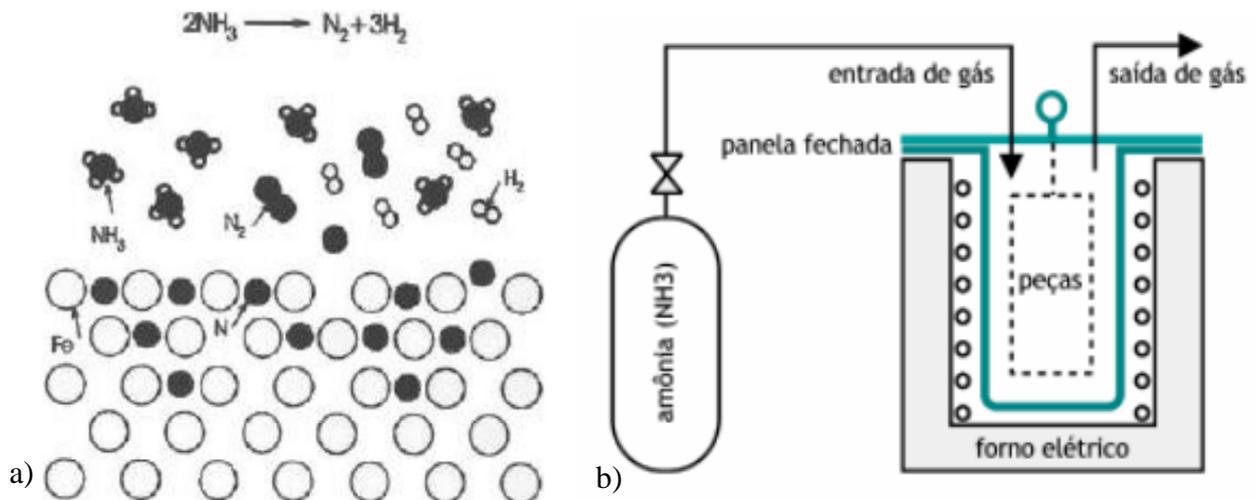
- a) Nitretação líquida, banho de sais fundidos em temperatura entre 500-570 °C,
- b) Nitretação gasosa, atmosfera gasosa em temperatura entre 520-570°C e
- c) Nitretação à plasma ou iônica, plasma em temperatura entre 380-570°C.

A seleção do processo mais adequado deve ser feito de modo a adequar as características particulares de cada processo às necessidades específicas de cada ferramenta. A nitretação gasosa é a convencionalmente utilizada para a fabricação de ferramentas de extrusão e será abordada a seguir.

2.2.2.1 Nitretação gasosa

A nitretação a gás, amplamente difundida nas indústrias nacionais, consiste em se submeter o metal ao contato com um gás nitrogenado, normalmente amônia a temperaturas entre 500°C e 565°C, para que o elemento se difunda na matriz (SILVA, 2008; GOBBI, 2009). Os equipamentos para a realização da nitretação gasosa consistem em, basicamente, fornos de aquecimento elétrico do tipo poço ou câmara alimentados com gás amônia, com ventiladores internos para homogeneização da atmosfera do forno (GOBBI, 2009). A Figura 7 representa o processo de nitretação gasosa.

Figura 7 – Nitretação gasosa e a) esquema da dissociação da amônia e b) representação esquemática do forno de nitretação a gás.



Fonte: adaptado de Thelning (1975) e Gobbi (2009).

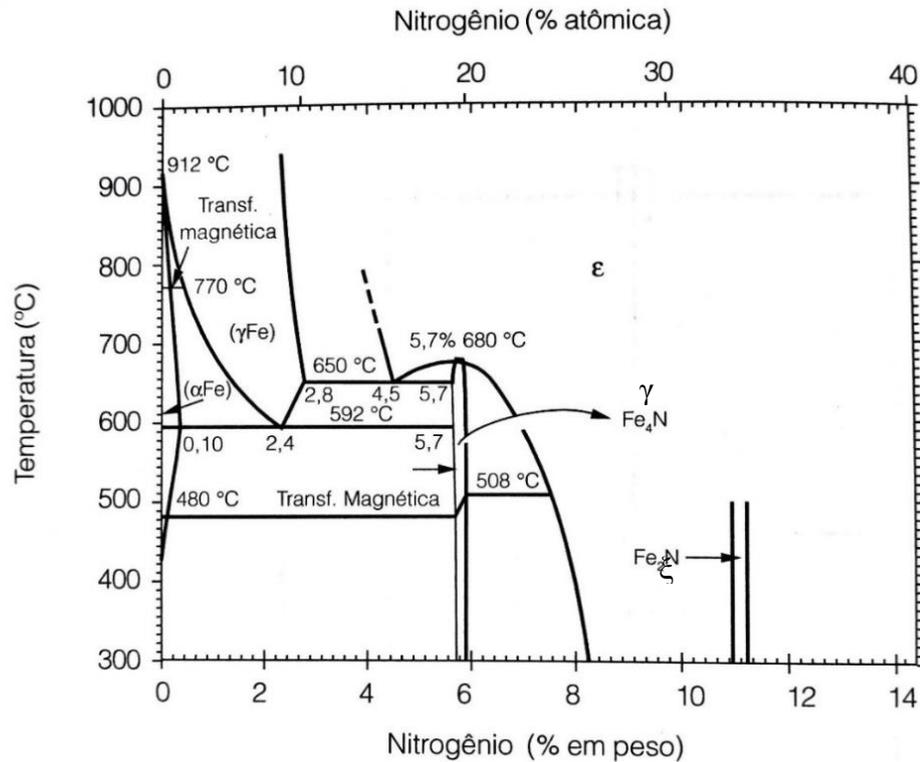
2.2.2.2 Estrutura e formação da camada nitretada

Para um melhor entendimento da estrutura e formação da camada nitretada durante o processo de nitretação gasosa, é necessário examinar o diagrama de fases Fe-N, apresentado na Figura 8. Um diagrama de fases representa as relações entre a temperatura, as composições e as quantidades de cada fase em condições de equilíbrio. A temperatura é plotada ao longo da ordenada e a abscissa representa a composição da liga em porcentagem de peso (escala inferior) e em porcentagem atômica (escala superior) (CALLISTER, 2000).

A relação entre o nitrogênio fornecido e a demanda de nitrogênio no processo de nitretação são os fatores que definem tanto a formação quanto o crescimento da camada nitretada. O fornecimento do nitrogênio está relacionado à composição da atmosfera de nitretação, enquanto a demanda de nitrogênio relaciona-se ao processo de difusão.

A dada temperatura, existe certa capacidade do substrato (aço) absorver os átomos de nitrogênio. Se a quantidade de átomos produzidos pela atmosfera de nitretação é inferior a essa capacidade, forma-se uma solução sólida de nitrogênio no substrato e precipitados coerentes é formada - a zona de difusão. Todavia, se a disponibilidade de nitrogênio é superior a essa capacidade, ocorre a nucleação e o crescimento de nitretos de ferro ou de elementos de liga presentes no substrato, formando-se a zona de compostos ou camada branca (GOBBI, 2009).

Figura 8 – Diagrama de fases do sistema Fe-N.



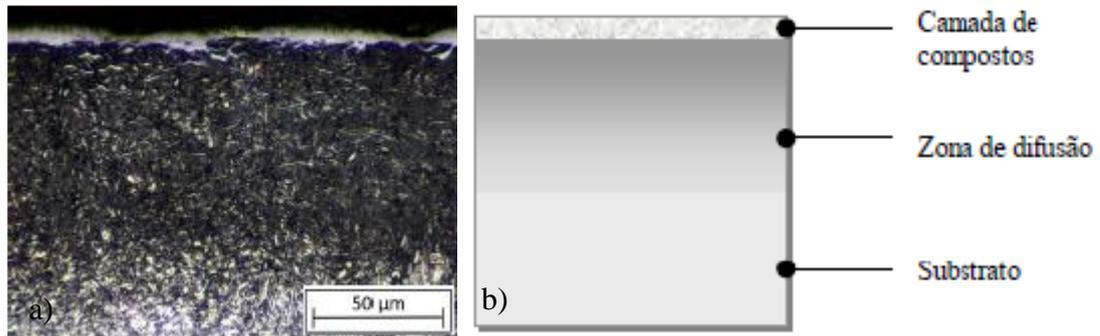
Fonte: Silva (2006).

Às temperaturas normalmente utilizadas na nitretação (400-590°C), o nitrogênio se dissolve no ferro α até 0,1% em peso. Ultrapassada essa porcentagem, formam-se os nitretos γ , de composição Fe_4N e estáveis abaixo de 680°C. Acima da concentração de 6% de nitrogênio em peso, os nitretos γ começam a se transformar em ϵ , de composição estequiométrica Fe_xN ($2 < x < 3,2$). Acima de 11,5%, os nitretos ξ formados são os de composição Fe_2N . São estes que formam a camada branca (GOBBI, 2009). Este é um exemplo, mas há também a formação de nitretos dos elementos de liga.

Sendo assim, a camada nitretada pode ser dividida em duas regiões: camada branca ou camada de compostos (*compound zone, white layer*) e camada ou zona de difusão (*diffusion zone, diffusion layer*) (GOMES, 2018; GOBBI, 2009). As Figuras 9 e 10 apresentam um esquema destas camadas e seu perfil de microdureza, respectivamente.

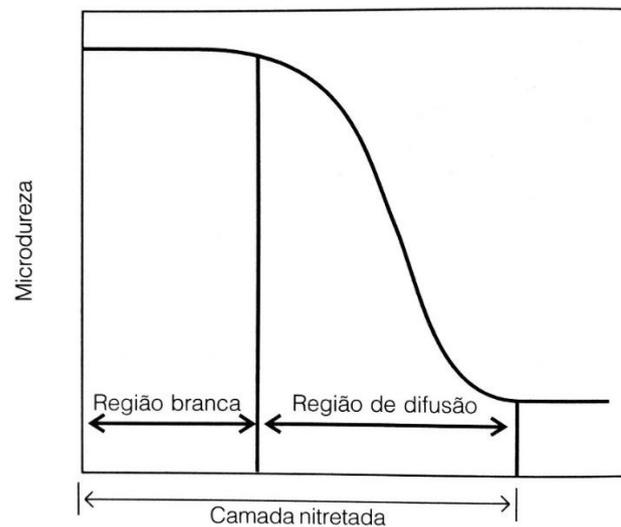
A camada mais superficial, a camada branca, é constituída por nitretos de diferentes estruturas. Pode ser monofásica ($\gamma \text{Fe}_4\text{N}$ ou $\epsilon \text{Fe}_{2-3}\text{N}$) ou polifásica ($\gamma \text{Fe}_4\text{N}$, $\epsilon \text{Fe}_{2-3}\text{N}$ e nitretos de elementos de liga). Possui natureza cerâmica e confere baixo coeficiente de atrito em contato, por exemplo, com uma superfície metálica (GOMES, 2018; GOBBI, 2009). A camada de difusão é aquela na qual ocorre uma queda gradual do teor de nitrogênio, havendo um gradiente de dureza. Esta camada é importante por dar sustentação mecânica à camada branca (GOMES, 2018; GOBBI, 2009).

Figura 9 - Seção transversal da região nitretada de uma amostra apresentando a camada de compostos e a camada de difusão em a) micrografia e b) esquematização.



Fonte: Ottani (2018).

Figura 10 - Perfil de microdureza da camada nitretada.



Fonte: Silva (2006).

2.3 Caracterização do aço

A caracterização de materiais descreve a combinação de características de composição, estrutura e propriedades de um material que são importantes para uma preparação específica, um estudo de propriedades ou aplicação (ASM, 1986). Neste trabalho, serão utilizadas as seguintes técnicas de caracterização: análise metalográfica para observação da microestrutura do aço e da camada nitretada e análise do perfil de microdureza para avaliação de propriedade mecânica, ambas descritas a seguir.

2.3.1 Análise metalográfica

A metalografia é o estudo da morfologia e estrutura dos metais. O exame metalográfico apresenta uma importância imensa no ramo da metalurgia, uma vez que um ensaio simples pode fornecer uma série de informações importantes sobre as características, a estrutura e o

processamento de determinada peça, inclusive a determinação das causas de fraturas, desgastes prematuros e outros tipos de falhas (SILVA, 2008).

Em um exame metalográfico, são realizadas, basicamente, observações de dois tipos: macroscopia/macrografia e microscopia/micrografia (QUALITECR, 2013). Nos exames macrográficos a análise é feita a olho nu, lupa ou com utilização de microscópios com aumento que podem variar de 5 a 64 vezes. Já nos exames micrográficos, de interesse neste trabalho, a análise é realizada em microscópios com aumentos de 50, 100, 200, 500, 1000, 1500 e até 2500 vezes, conhecidos como microscópios metalográficos ou metalúrgicos.

2.3.1.1 Técnica micrográfica

A importância deste exame decorre do fato de as propriedades mecânicas de um metal dependerem não só da sua composição química, como também da sua microestrutura. Um mesmo aço pode apresentar diferentes propriedades (mole, duro, duríssimo, quebradiço, elástico, tenaz, etc.) de acordo com trabalhos mecânicos ou tratamentos térmicos adequados aos quais tenha sido submetido. Especialmente para a técnica micrográfica, a preparação metalográfica tem grande importância na qualidade de uma análise. As fases de um ensaio micrográfico serão abordadas a seguir (COLPAERT, 2008):

- a) Escolha e localização da seção a ser observada;

Se o aspecto do material for homogêneo, a localização do corpo de micrografia é, em geral, indiferente; entretanto, se deseja-se um exame detalhado de anomalias e heterogeneidades, pode-se localizar corpos de prova em vários pontos. A escolha de um corpo de prova localizado na parte externa da peça só é admitido quando se deseja analisar trincas na superfície ou o estado da superfície em si. Este procedimento nunca permite tirar conclusões sobre o material da peça pois a superfície pode estar comprometida.

- b) Preparação da amostra para obtenção de uma superfície plana e polida;

O plano de interesse da amostra deve ser preparado antes da sua observação micrográfica, o que inclui o corte, embutimento, lixamento e polimento (COLPAERT, 2008).

Primeiramente, a amostra deve ser cortada de forma a não sofrer alterações pelo método de corte. Por esse motivo, utilizam-se métodos a frio, em geral serras, para o corte primário, ou seja, para se separar a porção aproximada que será analisada. Na sequência, usa-se um equipamento denominado "*Cut-Off*" que faz um corte mais preciso, utilizando-se de um fino disco abrasivo e farta refrigeração, a fim de não provocar alterações por calor na amostra.

Em seguida, o embutimento metalográfico é de grande importância uma vez que facilita o manuseio de peças pequenas, evita que amostras com arestas rasguem a lixa ou o pano de polimento e evita o abaulamento durante o polimento. Existem dois tipos de embutimento: no

embutimento a quente a amostra é embutida em materiais termoplásticos (como baquelite) por meio de prensas, utilizando-se pressão e aquecimento para efetuar a polimerização; no embutimento a frio, se usam resinas sintéticas de polimerização rápida. Esta etapa é dispensável caso o corpo de prova possua dimensões da superfície a analisar suficientemente grandes (ROHDE, 2010).

A etapa de lixamento tem por objetivo eliminar riscos e marcas mais profundas da superfície, dando um acabamento e preparando-a para o polimento. A técnica de lixamento manual consiste em se lixar a amostra sucessivamente com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção (90°) em cada lixa subsequente até desaparecerem os traços da lixa anterior. A sequência mais adequada de lixas para o trabalho metalográfico com aços é #100, #220, #320, #400, #600 e #1200 *mesh*, podendo haver variações. Todo o processo de lixamento é feito sob refrigeração com água.

Por fim, o polimento é a operação pós lixamento que visa um acabamento superficial polido isento de marcas. É executado, em geral, com panos especiais, colados a pratos giratórios, sobre os quais são depositadas pequenas quantidades de abrasivos, como os mais comumente utilizados óxido de alumínio (alumina) e a pasta de diamante. Durante o polimento a amostra também é refrigerada, com a utilização de álcool ou agentes refrigerantes específicos.

c) Exame microscópico das ocorrências visíveis sem ataque;

A superfície polida é observada ao microscópio para exame de ocorrências já visíveis nesse estado, como inclusões, trincas, porosidade, dentre outras.

d) Ataque da superfície por reagente químico adequado;

Esta etapa tem por objetivo revelar as interfaces entre os diferentes constituintes que compõem o metal (COLPAERT, 2008). Em geral, o ataque é feito por imersão da amostra no reagente por curto período de tempo; posterior limpeza para remover os resíduos do processo, através da lavagem em água destilada, álcool ou acetona; e secagem com jato de ar quente. Segundo Silva (2008), um dos reagentes químicos mais usados para aços carbono é o Nital, que consiste em uma mistura de 0,5 a 2,0% de ácido nítrico em álcool etílico. Porém, há uma enorme variedade de reagentes químicos para diferentes tipos de metais e situações.

e) Exame microscópico para observação da textura;

O exame microscópico exige o uso de equipamentos precisos e altamente especializados, bem como uma série de técnicas e cuidados especiais como posicionamento das amostras, iluminação apropriada e técnicas fotográficas.

f) Reprodução e conservação do aspecto observado através de fotografias.

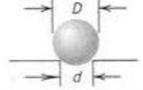
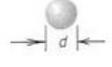
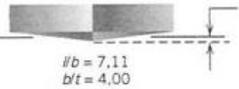
Os laboratórios de metalografia mais modernos contam com microscópios ópticos para realização de análises, com sistemas de fotografia integrados e um sistema computadorizado de análise de imagens.

2.3.2 Ensaio de dureza

De acordo com Callister (2000), a dureza é a medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada, por exemplo, um risco ou uma pequena impressão. Ao longo do tempo, variadas técnicas quantitativas foram desenvolvidas para determinação da dureza de materiais, nas quais um penetrador é forçado contra a superfície do material sob condições de carga e taxa de aplicação controladas. O índice de dureza é, então, relacionado a medida da profundidade ou do tamanho da impressão resultante.

Os ensaios de dureza são realizados com maior frequência que os de outras propriedades mecânicas devido a vantagens tais como: relativo baixo custo e simplicidade, sua natureza não-destrutiva dos corpos de prova e a possibilidade de, em muitos casos, se estimar outras propriedades mecânicas como limite de resistência e tração (CALLISTER, 2000). Os métodos mais comumente utilizados para realizar medidas de dureza são *Rockwell* e *Brinell*. A Figura 11 apresenta algumas técnicas para determinação de dureza.

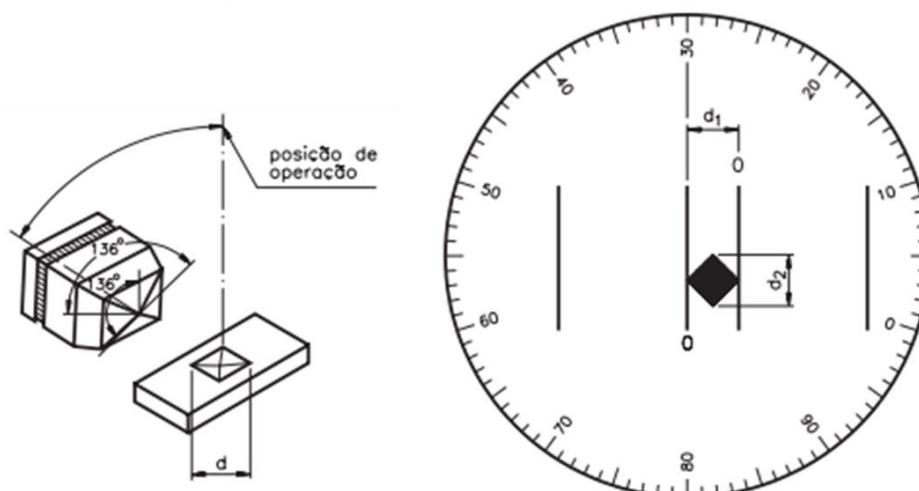
Figura 11 - Técnicas de ensaio de dureza.

Ensaio	Penetrador	Forma da Impressão		Carga	Fórmula para o Número de Dureza ^a
		Vista Lateral	Vista Superior		
Brinell	Esfera de aço com 10 mm ou carbeto de tungstênio			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Microdureza Vickers	Pirâmide de diamante			P	$HV = 1,854P/d_1^2$
Microdureza Knoop	Pirâmide de diamante			P	$HK = 14,2P/l^2$
Rockwell e Rockwell Superficial	Cone de diamante; esferas de aço com diâmetros de $\frac{1}{16}$, $\frac{1}{8}$, $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ in			60 kg } Rockwell	
				100 kg } Rockwell	
				15 kg } Rockwell Superficial	
				30 kg } Rockwell Superficial	
				45 kg } Rockwell Superficial	

Fonte: Callister (2000).

O ensaio *Vickers* se baseia na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de 136° sob determinada carga (FIGURA 12). O valor de dureza *Vickers* (HV) é o quociente da carga aplicada pela área de impressão resultante no corpo ensaiado.

Figura 12 – Técnica de ensaio de dureza *Vickers*.



Fonte: DEMEC (2006).

Para aplicações específicas - principalmente superfícies tratadas, determinação da dureza de microconstituintes individuais, regiões pequenas e específicas do corpo de prova - utiliza-se o ensaio de microdureza *Vickers*, que envolve o mesmo procedimento do ensaio *Vickers*, porém com cargas menores que 1 kgf. A impressão produzida é microscópica e o ensaio por vezes requer a preparação cuidadosa da superfície para uma impressão bem definida que possa ser medida com precisão (DEMEC, 2006).

Pensando nas suas vantagens, o ensaio *Vickers* fornece uma escala contínua de dureza, medindo todas as gamas de valores numa única escala. Além disso, as impressões são extremamente pequenas e não inutilizam as peças, na maioria dos casos,; seu penetrador de diamante é praticamente indeformável e aplica-se a materiais de qualquer espessura e também para medir durezas superficiais.

Por outro lado, devem-se tomar cuidados especiais para evitar erros de medida ou de aplicação de carga, que alteram muito os valores reais de dureza. A preparação do corpo de prova para microdureza deve ser feita, obrigatoriamente, por metalografia, utilizando-se, de preferência, o polimento eletrolítico, para evitar o encruamento superficial. Quando se usam cargas menores do que 300 gf, pode haver recuperação elástica, dificultando a medida das diagonais. Por fim, a máquina de dureza *Vickers* requer aferição constante, pois qualquer erro na velocidade de aplicação da carga traz grandes diferenças nos valores de dureza (DEMEC, 2006).

Deve-se ter cuidado com a conversão de dureza de uma escala para outra devido às diferenças experimentais entre as várias técnicas. Os dados de conversão são determinados experimentalmente e os mais confiáveis são os existentes para os aços (CALLISTER, 2000).

3 METODOLOGIA

A seguir serão descritos os métodos utilizados para a confecção das amostras, na realização dos experimentos e na caracterização.

3.1 Confecção dos corpos de prova

Confeccionaram-se corpos de prova sob as mesmas condições de composição e propriedades daquelas utilizadas nas ferramentas de extrusão, com o auxílio da Ferramentaria do Departamento de Extrusão da Companhia Brasileira de Alumínio (CBA).

Para isso, cortaram-se vinte corpos de prova de dimensões 32 x 10 x 10 mm a partir do interior de uma matriz sucutada do aço VH13ISO, adquirido do fornecedor Villares Metals.

As amostras foram numeradas de 1 a 20. As amostras de 4 a 20 foram enviadas para o processo de nitretação gasosa no prestador de serviços Combustol e mantiveram-se as amostras de 1 a 3 sem nitretação.

3.2 Experimentos de simulação dos ciclos das ferramentas

Nesta etapa utilizaram-se oito das vinte amostras confeccionadas. A Tabela 4 apresenta uma identificação dos corpos de prova e os testes realizados em cada um. As colunas, da esquerda para a direita, apresentam: o número inscrito no corpo de prova; a designação dada; a realização ou não da nitretação; a atmosfera a qual foi exposto o corpo de prova no forno e a quantidade de horas de exposição. Utilizaram-se as siglas ‘ATM’ e ‘NIT’ para atmosferas de ar atmosférico e de nitrogênio, respectivamente.

Tabela 4 – Identificação dos corpos de prova e respectivos testes realizados em cada um.

Número da amostra	Designação	Nitretação	Atmosfera de exposição no forno	Horas de exposição/ciclo (h)
3	H13	Não	-	-
4	H13-NIT	Sim	-	-
5	ATM-04	Sim	Ar atmosférico	4
10	ATM-08	Sim	Ar atmosférico	8
8	ATM-24	Sim	Ar atmosférico	24
6	NIT-04	Sim	Nitrogênio	4
9	NIT-08	Sim	Nitrogênio	8
7	NIT-24	Sim	Nitrogênio	24

A metodologia se baseou em Castle & Avent (2004), mas viu-se a necessidade de adaptar-

-se a dinâmica de ciclos e tempos de exposição dos experimentos para melhor representar as práticas de pré-aquecimento das matrizes na planta de extrusão em questão.

Quanto a realização de quatro ciclos, essa repetição é importante porque, na prática, é essa a dinâmica da utilização das ferramentas na planta: a produção de um determinado item é programada, sua ferramenta é pré-aquecida no forno, é utilizada no processo de extrusão, resfria ao ar livre e é guardada após seu serviço, até que o item seja programado novamente e reinicie o ciclo de uso da matriz.

Além disso, os tempos de 4, 8 e 24 horas de exposição contínua foram definidos de acordo com aqueles que são realizados na prática. Empiricamente, o tempo de 4 horas é o mínimo necessário para que a ferramenta atinja a temperatura requerida de 480°C, ou seja, é o tempo mínimo (e melhor cenário) pelo qual uma ferramenta permanece nos fornos de pré-aquecimento. No outro extremo, o sistema de controle dos fornos possui um sistema que bloqueia a permanência das matrizes em seu interior por períodos superiores a 24 horas, que seria o tempo máximo permitido e, logo, o pior cenário. Já o tempo de 8 horas, além de ser um tempo intermediário, também foi citado algumas vezes em estudos experimentais como sendo uma fronteira se tratando de danos na camada nitretada.

Simultaneamente, colocaram-se duas amostras no forno de ferramentas da marca OMAV (FIGURA 13) a 480°C: a primeira na gaveta 1, com alimentação de nitrogênio e a segunda na gaveta 2, sem alimentação de nitrogênio. Retiraram-se ambas as amostras após o período de quatro horas e deixaram-nas sobre uma bancada para resfriarem ao ar livre. Após o período de uma hora, tempo suficiente para resfriamento completo, colocaram-se as mesmas novamente nos fornos e repetiu-se o procedimento três vezes, totalizando quatro ciclos.

Repetiu-se o procedimento com novas amostras, variando-se somente o período de permanência das amostras nos fornos para 8 e 24 horas.

Figura 13 - Fornos de ferramenta de múltiplos compartimentos da planta industrial do Departamento de Extrusão.



3.3 Caracterização

A caracterização das amostras através das análises metalográfica e de dureza foram realizadas no Laboratório de Metalografia da CBA, conforme procedimento padrão do laboratório baseados nas normas ABNT NBR 13284. Adicionalmente, enviou-se uma amostra de aço H13 não-nitretado ao laboratório da Gerência de Fundição da CBA para realização da análise de composição química através da técnica de emissão óptica.

3.3.1 Preparação metalográfica

Após a realização dos experimentos nos fornos, as amostras foram enviadas à Ferramentaria e recortadas pelo processo de eletroerosão em três partes (FIGURA 14): duas frações com dimensões de 10 x 10 x 5 mm, destinadas à análise micrográfica e ensaio de microdureza e a fração restante, para arquivo e análise visual.

Realizou-se um embutimento das amostras longitudinalmente, de modo a visualizar-se a seção transversal da camada nitretada, em resina fenólica (baquelite), a quente, utilizando-se uma embutidora metalográfica da marca *Buehler SimpliMet XPS1 Mounting System*.

Desbastaram-se as faces de análise em lixadeira politriz da marca *Buehler Metaserv 250* e 2000, utilizando-se lixas d'água com granulometria sequencial de #220, #320, #800 e #1200 *mesh*.

O polimento manual das amostras com foi realizado com agente polidor à base de alumina em pano de algodão, seguido do polimento mecânico em sílica coloidal em pano de raiom utilizando-se o equipamento *MiniMet™ 1000 Semi-Automatic Grinder-Polisher*. Lavou-se o corpo de prova com sabão neutro e secou-se com sopro de ar comprimido.

Por fim, realizou-se o ataque químico por imersão da amostra, durante um período de aproximadamente 20 segundos em Nital 5% e passou-se ar comprimido.

A Figura 15 apresenta os equipamentos do Laboratório de Metalografia da CBA utilizados para a etapa de preparação da amostra.

Figura 14 – Corpo de prova recortado pelo método de eletroerosão.

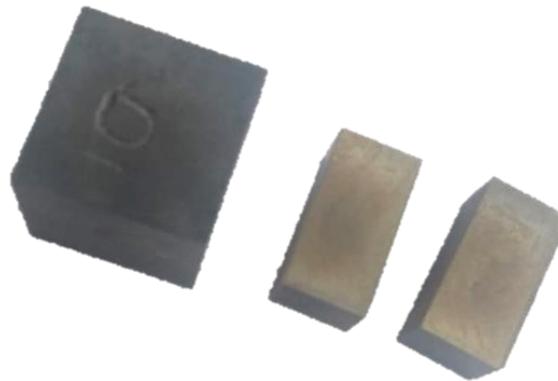
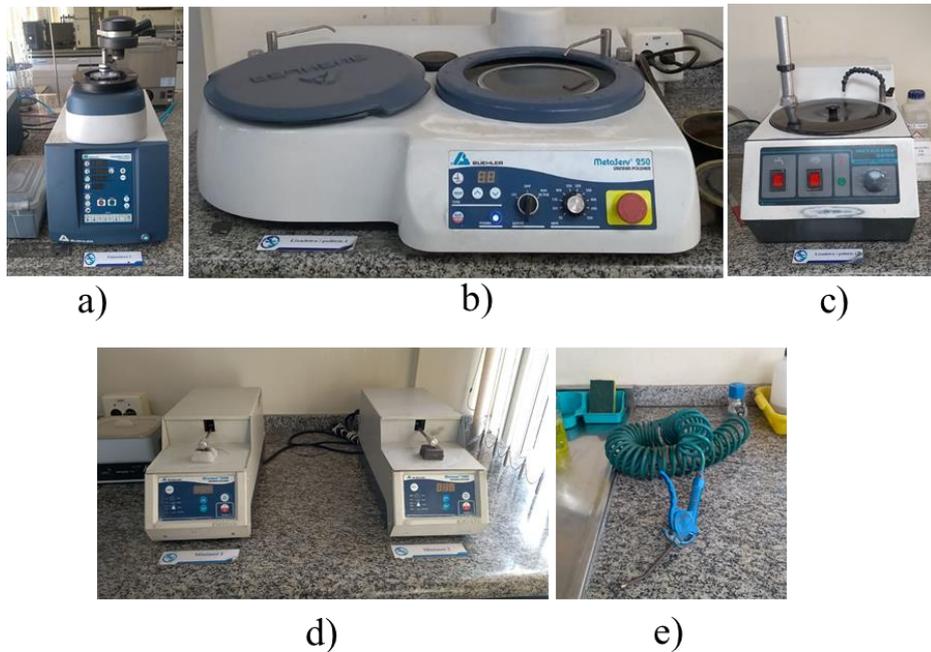


Figura 15 – Equipamentos utilizados para preparação das amostras a) embutidora metalográfica, b) lixadeira, c) lixadeira, d) politrizes e e) mangueira de ar comprimido.



3.3.2 Construção do perfil de microdureza Vickers

Utilizou-se a amostra embutida para construção do perfil de microdureza da camada nitretada através do ensaio Vickers, com uso do equipamento *Wilson Hardness 1202 Knoop Vickers* (FIGURA 16), com carga de 200 g por 12 segundos e espaçamento de 50 μm entre as indentações. Realizaram-se medições até uma profundidade de aproximadamente 500 μm (suficiente para garantir o fim da camada nitretada) e, após esta, as medições foram feitas a uma distância de 6000 μm da superfície, para obter-se a microdureza do substrato. Para a obtenção da dureza da amostra não-nitretada, mediu-se a microdureza da matriz em triplicata.

Figura 16 – Microdurômetro utilizado.



3.3.3 Análises metalográficas

A técnica de microscopia ótica foi utilizada para obtenção da microestrutura da camada nitretada. Utilizou-se o microscópio metalúrgico *Olympus BX51M* integrado a um sistema computadorizado de análise de imagem (FIGURA 17).

Figura 17 - Microscópio integrado a um sistema computadorizado de análise de imagens.



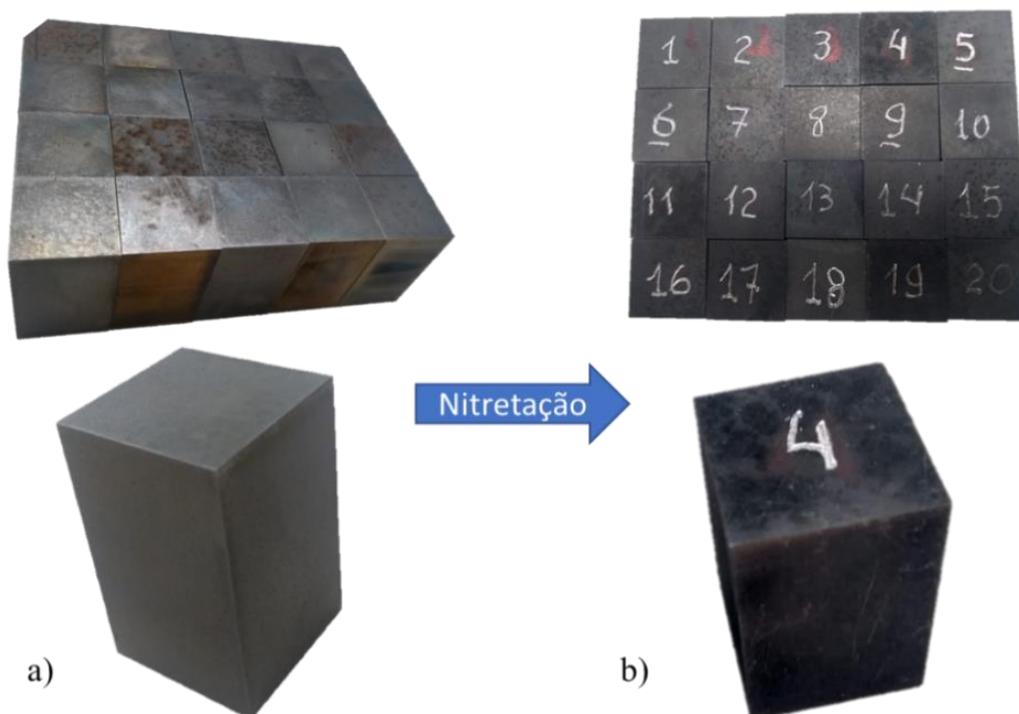
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Seguem os resultados e discussões referentes a todas as etapas da metodologia, desde o processo de confecção dos corpos de prova, os experimentos realizados nos fornos de ferramentas, a preparação metalográfica, o ensaio de microdureza *Vickers*, a caracterização do aço H13, da camada nitretada e análise dos efeitos do tempo de exposição nos fornos e o uso da atmosfera protetora de nitrogênio.

4.1 Confecção dos corpos de prova

A Figura 18 apresenta os corpos de prova de aço H13 confeccionados após as etapas de (a) recorte do aço de ferramenta sucata e (b) nitretação gasosa.

Figura 18 - Corpos de prova confeccionados pela Ferramentaria a) antes e b) após o processo de nitretação.



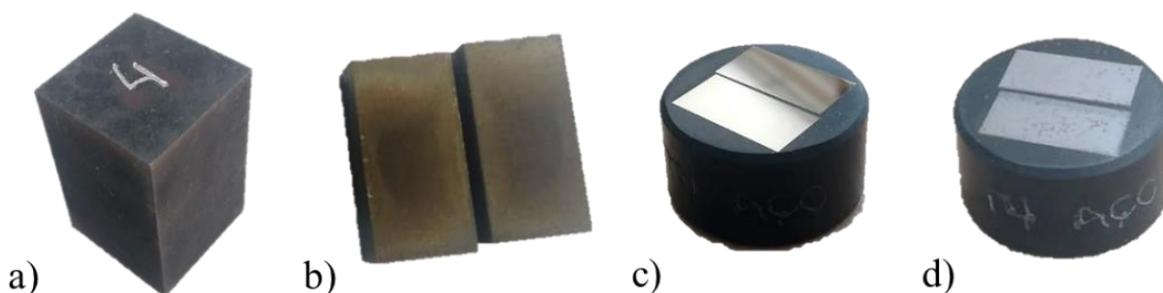
Na Figura 18 pode-se observar o aspecto acinzentado bem escuro que o aço adquiriu após o processo de nitretação. É sabido que após a nitretação o aço comumente adquire um aspecto acinzentado devido à natureza cerâmica da camada nitretada. Segundo ASM (1991), esse aspecto mais escuro e efeito de descoloração das peças podem ser consequência de uma inadequada preparação prévia da superfície das peças, isto é, a presença de gorduras e outras impurezas.

Utilizar-se uma peça de ferramenta sucutada implica que este aço já pode ter sido submetido a inúmeros ciclos de exposição à temperatura, bem como a processos de renitretação ao longo da sua vida útil. A situação ideal seria a de usar uma peça de aço nova para ser mais fiel ao processo de fabricação da ferramenta, mas não mostrou-se viável pelo fato das novas ferramentas serem solicitadas sob encomenda. Ao decidir-se por utilizar o aço de uma ferramenta sucutada, removendo-se a camada superficial nitretada e utilizando-se a parte interna, matriz de aço H13, assumiu-se que as propriedades químicas e mecânicas do aço original não sofreram alterações causadas pela sua prévia utilização.

4.2 Preparação metalográfica

A Figura 19 apresenta as etapas de preparação de uma amostra para análise metalográfica. Tem-se a amostra confeccionada assim que realizou-se teste no forno (FIGURA 19 (a)), em seguida, as porções recortadas pelo método de eletroerosão (FIGURA 19 (b)), a amostra já embutida em baquelite após etapas de lixamento e polimento (FIGURA 19 (c)) e, por fim, após o ataque químico (FIGURA 19 (d)). É possível observar a diferença de aspecto das amostras antes e após sofrerem o ataque químico. A Figura 19 (c) apresenta um aspecto espelhado e a Figura 19 (d), um aspecto de desgaste. Isto acontece porque o reagente corrói as fases ou microestruturas do material, produzindo diferenças de altura em relação à superfície e a perda do aspecto espelhado obtido nas etapas anteriores (SILVA, 2006).

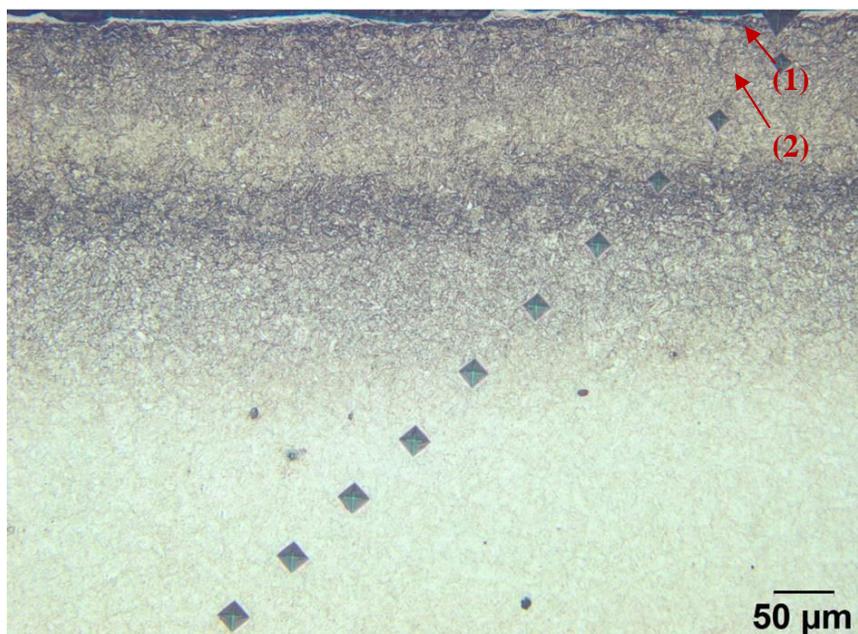
Figura 19 – Amostra de aço H13 a) antes da preparação, b) após corte, c) após lixamento e polimento e d) após ataque químico.



4.3 Ensaio de microdureza Vickers

A Figura 20 apresenta, como exemplo, a micrografia da camada nitretada de amostra após o ensaio de microdureza Vickers.

Figura 20 – Micrografia da camada nitretada da amostra após o ensaio de microdureza Vickers.



Nota-se que o tamanho das impressões resultantes das indentações aumenta em direção à matriz do aço, indicando uma diminuição gradativa da dureza ao longo da camada. Isso permite visualizar o conceito de resistência do material a uma deformação plástica localizada – ou seja, quanto maior a impressão, mais dúctil é a região.

Uma dificuldade já reportada em outros estudos foi a de se medir a dureza superficial na camada branca. Uma vez que essa camada é extremamente fina (na ordem de 10 μm) e a região possui alta dureza, as indentações se mostraram imperfeitas e não houve precisão do método. Portanto, o perfil de microdureza foi construído a partir de medições realizadas a uma profundidade de 30 μm , que foi o mais próximo da superfície onde conseguiu-se realizar a medida com boa precisão. Isto pode ser observado na micrografia, em que há uma impressão imperfeita sobre a camada branca (detalhe 1) e a seguinte já apresentou uma morfologia mais definida (detalhe 2).

Durante as medições, notou-se também uma variação considerável dos valores de microdureza em um mesmo nível de profundidade. Uma das vantagens do método de microdureza Vickers é a medição de microconstituintes individuais devido a indentações extremamente pequenas e precisão do método. Entretanto, uma vez que a camada nitretada é composta por diferentes nitretos de ferro e de elementos de liga, pode haver essa variação de microdureza local se a indentação ocorre em cima de um microconstituente específico (DEMEC, 2006).

4.4 Caracterização das amostras

Seguem resultados das caracterizações das diferentes amostras.

4.4.1 Caracterização do aço H13

A Tabela 5 apresenta as especificações das normas AISI/SAE de composição química e dureza do aço H13, as especificações apresentadas pelo fornecedor (VH13ISO) e os resultados das análises da amostra H13.

Tabela 5 - Composição química (em peso) e dureza da amostra H13.

Propriedade	AISI/SAE H13	VH13ISO	Amostra H13
C (%)	0,32-0,45	0,40	0,407
Mn (%)	0,20-0,50	0,35	0,251
Si (%)	0,80-1,20	1,00	0,762
Cr (%)	4,75-5,50	5,20	5,180
Ni (%)	0,30 (máx.)	-	0,000
Mo (%)	1,10-1,75	1,50	1,363
W (%)	-	-	0,000
V (%)	0,80-1,20	0,90	0,838
Co (%)	-	-	-
S (%)	-	-	0,004
P (%)	-	-	0,017
Cu (%)	-	-	0,000
Ti (%)	-	-	0,000
Dureza			
superficial (HV)	392-594	392-543	459 ± 17
Dureza (HRC)	40-55	40-52	46

Da análise dos resultados da composição química, observa-se que, a maioria dos elementos de liga estão dentro das especificações, com exceção do teor de silício, que encontra-se abaixo do especificado. Entretanto, de acordo com a literatura este elemento não possui influência direta no processo de nitretação (OTTANI, 2018). Além disso, enxofre e fósforo são elementos residuais inerentes ao processo de fabricação do aço e seus teores encontrados (0,02%) estão dentro do considerado aceitável para o aço H13.

Por fim, a dureza obtida também está dentro da especificação nas normas e catálogo do fabricante. A dureza HRC foi obtida através de conversão, a título de comparação.

4.4.2 Caracterização da camada nitretada

As Figuras 21 e 22 apresentam as micrografias obtidas da análise da amostra H13-NIT e a Tabela 6 os valores da profundidade da camada nitretada e espessura da camada branca medidas através do método de análise de imagens. Nesta última, ‘camada nitretada completa’ se refere a soma das regiões da camada branca e camada de difusão.

Vale ressaltar que o intuito das análises micrográficas se limitou a identificar alguns aspectos morfológicos básicos das diferentes regiões da camada nitretada. A análise mais aprofundada da microestrutura, identificação das fases e correta interpretação das texturas que ocorrem nos metais são complexas e requerem larga capacitação técnica e experiência do metalógrafo, fugindo do escopo deste trabalho.

Figura 21 - Micrografias da camada nitretada a um aumento de 100x, com detalhe para as regiões da camada nitretada da amostra H13-NIT.

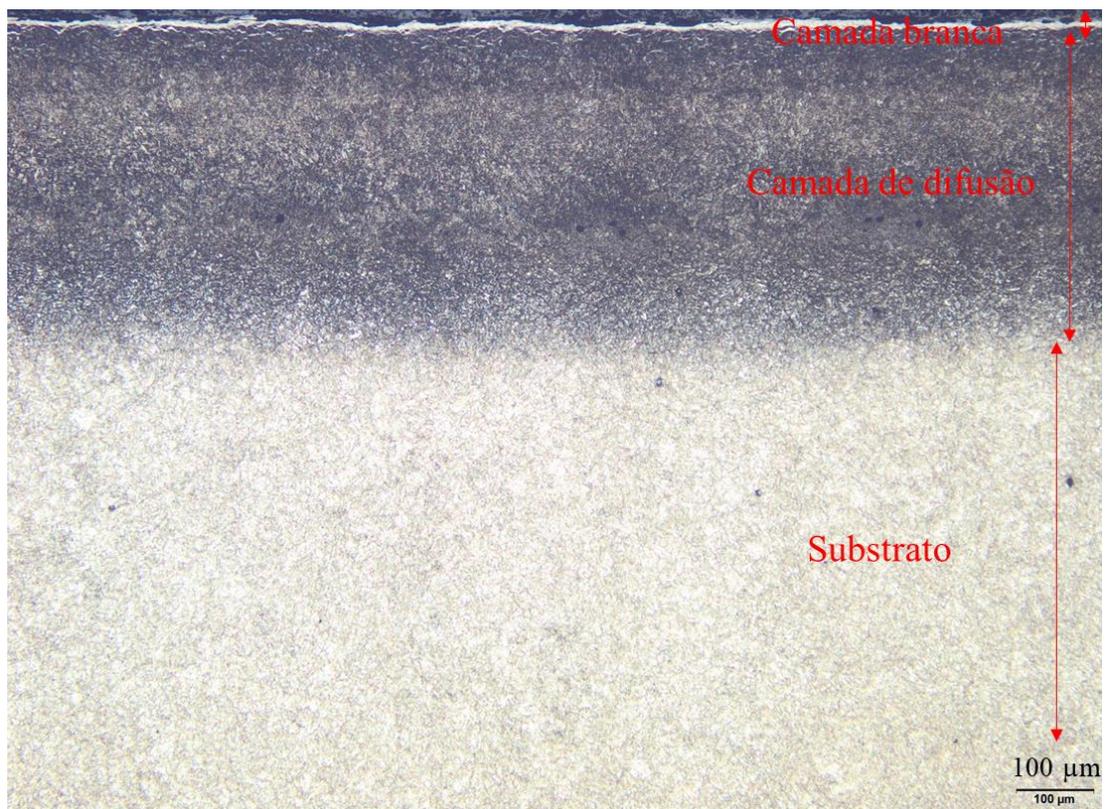


Figura 22 - Micrografias da camada nitretada da amostra H13-NIT a um aumento de (a) 50x e (b) 1000x, com detalhe para a profundidade da camada nitretada e espessura da camada branca.

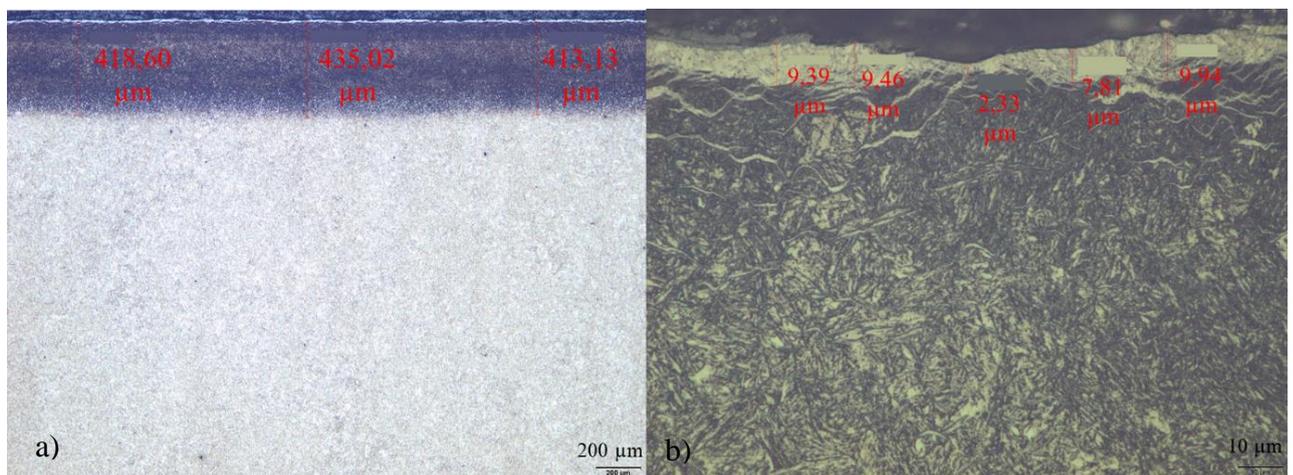


Tabela 6 - Profundidade da camada nitretada e espessura da camada branca da amostra H13-NIT.

Região	Profundidade (μm)	Desvio Padrão (μm)
Camada nitretada completa	422,25	11,39
Camada branca	7,06	3,99

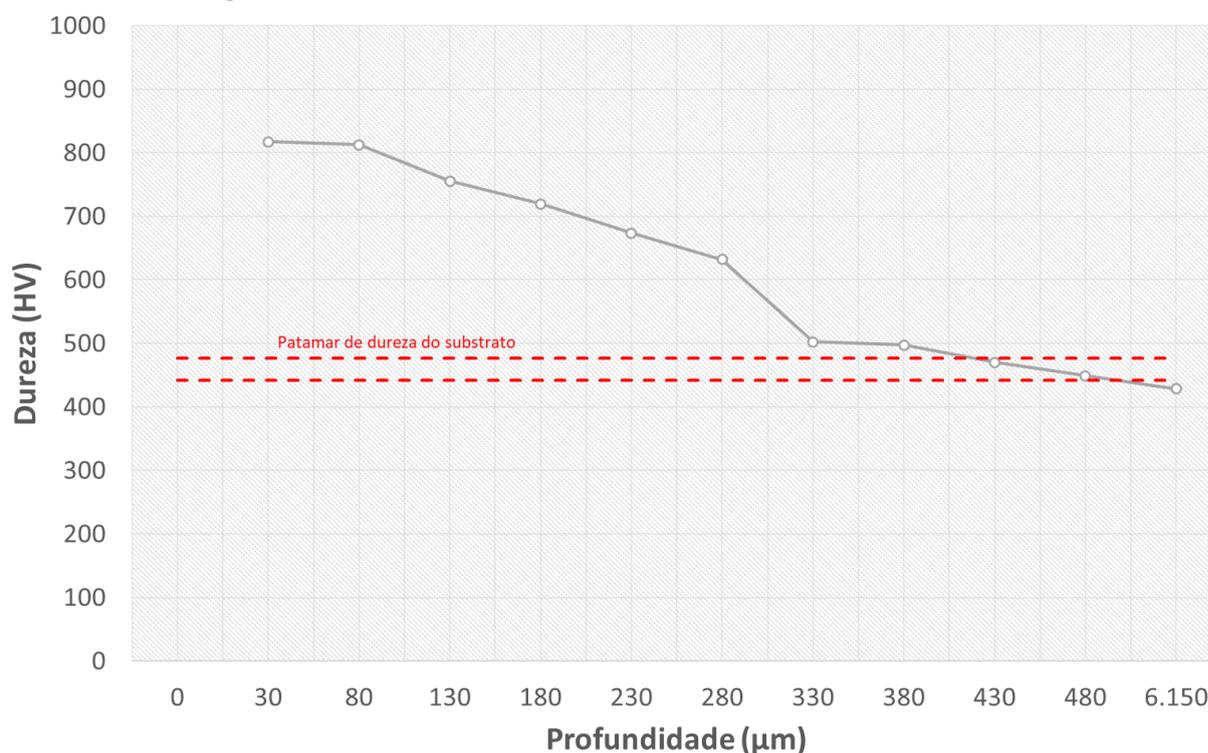
Na Figura 21 identifica-se as regiões da camada nitretada: de cima para baixo, tem-se a camada branca ou de compostos, a camada de difusão que se observa uma região mais escura e por fim, a região do substrato, o aço H13. Na Figura 22 (b) percebe-se a irregularidade da camada branca obtida, mostrando regiões com espessuras que variam de 2 a 10 μm . A qualidade e uniformidade da camada de compostos dependem diretamente da preparação da superfície das peças antes de serem submetidas ao processo de nitretação (ASM, 1991). Assim como o aspecto escuro da amostra, esta irregularidade indica que este requisito pode não ter sido cumprido adequadamente.

A Tabela 7 apresenta os resultados de microdureza Vickers em função da profundidade da camada nitretada da amostra H13-NIT. A Figura 23 apresenta o perfil de dureza. De modo a facilitar a visualização, na Figura 23 está indicado o patamar de dureza medido inicialmente no aço H13 (Tabela 5).

Tabela 7 – Perfil de microdureza *Vickers* da camada nitretada na amostra H13-NIT.

Distância da superfície ($\pm 1 \mu\text{m}$)	Microdureza ($\pm 0,1 \text{ HV}$)
0	-
30	817,1
80	812,5
130	755,6
180	719,4
230	673,6
280	632,2
330	502,2
380	497,6
430	469,9
480	449,2
6150	428,8

Figura 23 - Perfil de microdureza *Vickers* da amostra H13-NIT.



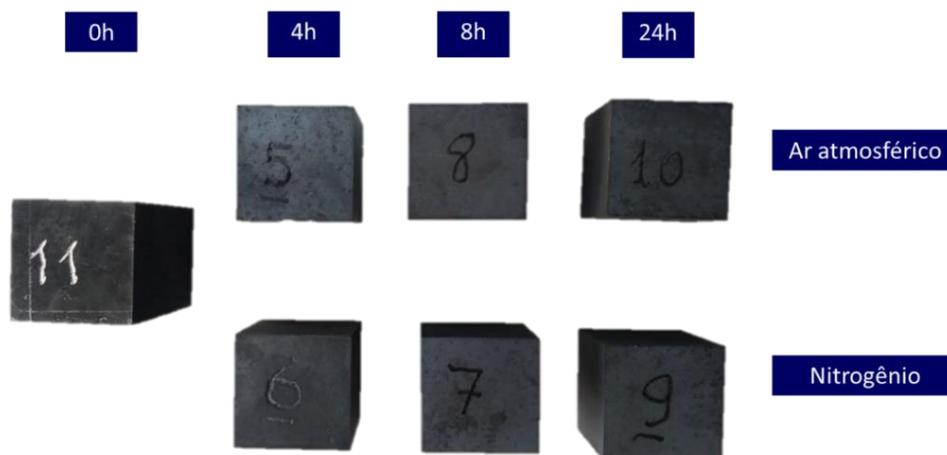
Considerando-se as dimensões das regiões obtidas nas micrografias e o perfil teórico de microdureza (FIGURA 10), esperava-se um perfil de dureza que partisse da dureza máxima até a faixa de 10 μm (camada branca) e que a partir daí até a profundidade de 422 μm (ao longo da zona de difusão) houvesse uma queda gradual da dureza atingindo-se finalmente o patamar de dureza do substrato.

Não foi possível medir o valor máximo de dureza obtido na camada branca, considerando que a faixa de espessura da camada branca está na faixa de 10 μm e o primeiro ponto medido foi de 30 μm, já na zona de difusão. Todavia, o restante da curva segue o comportamento esperado, com um gradiente de dureza que se estende ao longo da profundidade esperada atingindo a dureza do aço H13 e indicando o fim da camada nitretada.

4.4.3 Efeito de diferentes tempos de exposição nos fornos

A Figura 24 apresenta as amostras após a realização dos testes nos fornos na presença de nitrogênio e de ar atmosférico em diferentes tempos de exposição.

Figura 24 - Corpos de prova antes e após de passar por quatro ciclos de 4, 8 e 24 horas nos fornos de ferramentas na presença de nitrogênio e de ar atmosférico.



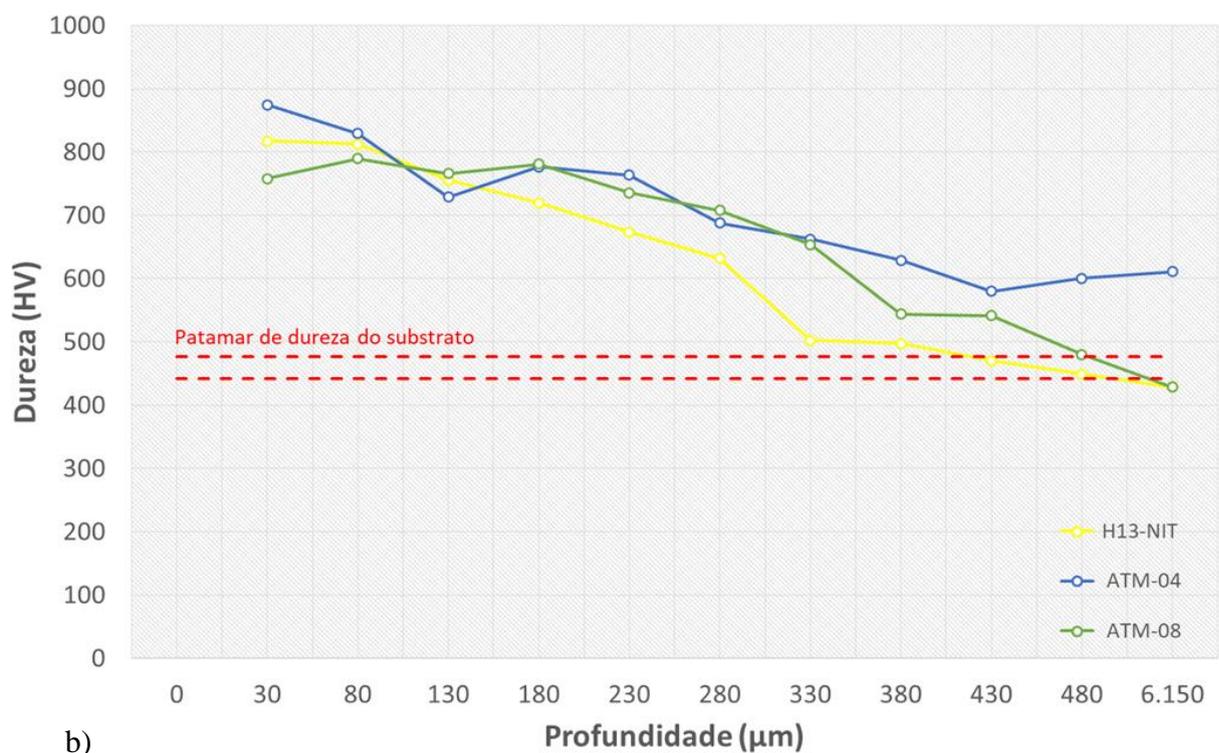
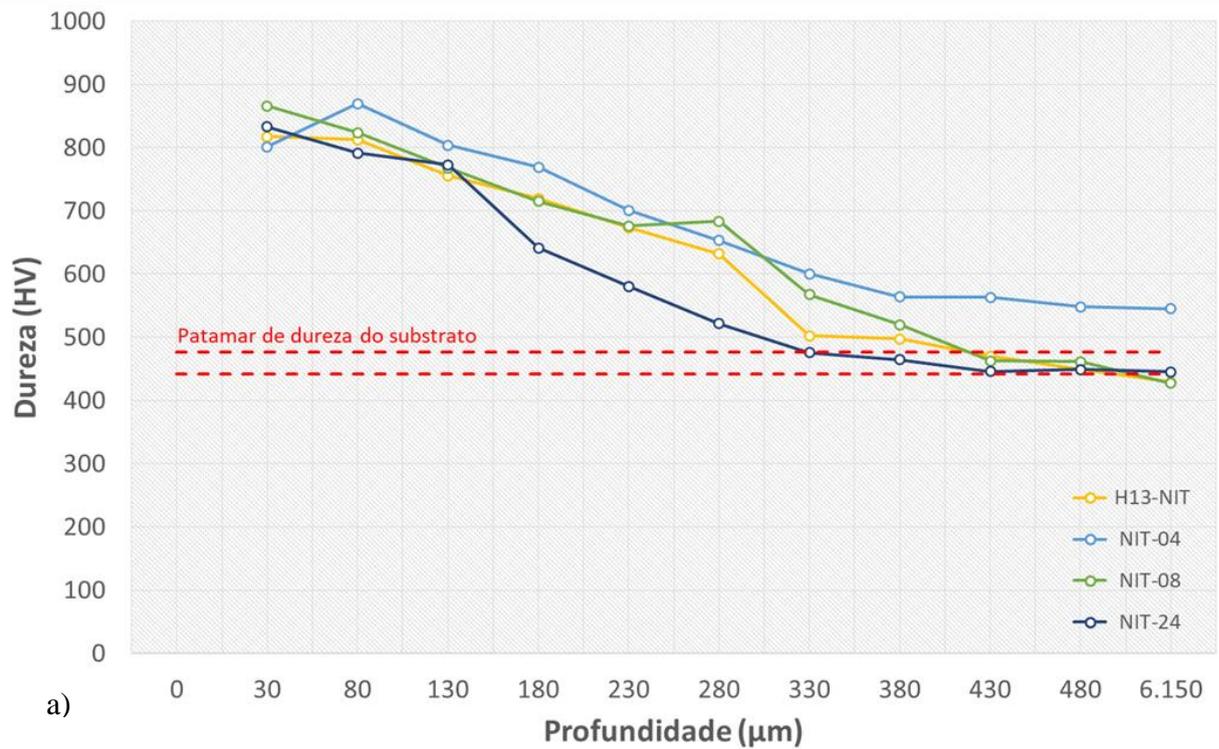
Tanto para as amostras expostas ao ar atmosférico quanto ao nitrogênio, observa-se um aspecto mais escuro após o teste, principalmente nos pontos da inscrição da identificação. Este comportamento já era esperado pela oxidação da superfície. Vale ressaltar que essa análise tem caráter qualitativo, e não permite tirar conclusões finais sobre o efeito ou não do uso da atmosfera inerte.

A Tabela 8 e a Figura 25 apresentam os valores de microdureza *Vickers* e o perfil de microdureza para as amostras submetidas ao aquecimento com e sem nitrogênio em diferentes tempos.

Tabela 8 - Perfil de microdureza para amostras submetidas aos ciclos térmicos na presença de ar atmosférico e de nitrogênio por diferentes tempos.

Distância da superfície ($\pm 1 \mu\text{m}$)	Microdureza Vickers ($\pm 0,1 \text{ HV}$)					
	H13-NIT	ATM-04	ATM-08	NIT-04	NIT-08	NIT-24
0	-	-	-	-	-	-
30	817,1	874,4	758,0	801,2	866,0	832,7
80	812,5	829,1	789,4	869,6	823,3	791,6
130	755,6	728,4	765,9	803,4	768,0	772,9
180	719,4	776,5	780,8	768,7	715,0	641,2
230	673,6	763,4	735,2	700,5	676,0	580,6
280	632,2	687,8	707,9	652,8	683,2	521,6
330	502,2	662,2	653,4	600,4	567,5	475,4
380	497,6	628,9	543,6	563,5	519,7	464,7
430	469,9	579,8	541,5	562,8	462,3	446,1
480	449,2	600,1	479,7	548,2	461,1	448,7
6150	428,8	610,8	428,2	545,1	427,0	445,0

Figura 25 - Perfil de microdureza ao longo da profundidade das amostras submetidas aos ciclos térmicos de 4, 8 e 24 horas na presença de a) nitrogênio e b) ar atmosférico.



Para análise do efeito do tempo dos ciclos de exposição nos fornos, fixaram-se as amostras testadas sob atmosfera de nitrogênio (FIGURA 25 (a)).

Observa-se na Tabela 8 que, de maneira geral, para uma dada profundidade da camada nitretada, as amostras submetidas a ciclos de 4 e 8 horas possuem maior valor de microdureza que aquela que permaneceu por ciclos de 24 horas. Além disso, observa-se na Figura 25 a) que para o

ciclo de 24 horas, a dureza apresenta uma queda mais acentuada, atingindo o patamar da dureza do substrato a uma profundidade menor. Segundo Castle & Avent (2004), este comportamento é atribuído à difusão do nitrogênio para o interior da peça, que é facilitada pela temperatura e o tempo prolongado de exposição. De fato, o perfil de dureza da camada está diretamente ligado ao gradiente de concentração do nitrogênio. Uma difusão adicional desse elemento implica em uma menor concentração local desse elemento e, conseqüentemente, uma menor dureza.

Este resultado vai de encontro com o conhecimento empírico da indústria de que até 8 horas ferramentas podem ser mantidas expostas a altas temperaturas sem grandes efeitos e, que tempos de exposição superiores a esse resultariam em danos maiores à camada nitretada. A relevância dessa descoberta para a planta de extrusão é a identificação da necessidade de diminuir o tempo de permanência das ferramentas expostas a altas temperaturas nos fornos. Uma sugestão seria a implementação de um sistema de controle para monitoramento do tempo de permanência das ferramentas nos fornos.

A mesma análise não pôde ser feita para as amostras submetidas ao testes sob ar atmosférico (FIGURA 25 (b)). O comportamento das curvas para os ciclos de 4 e 8 horas (curvas ATM-04 e ATM-08) é o mesmo observado anteriormente para os experimentos com uso do nitrogênio. Observa-se, também, uma queda brusca do valor de microdureza para ciclos de 24 horas (curva ATM-24). No entanto, através da comparação das micrografias das camadas nitretadas das amostras ATM-04, ATM-08 e ATM-24 notou-se que a espessura desta última foi de 92 μm , ao passo que todas as demais estiveram na faixa dos 400 μm . Supõe-se que tenha havido alguma falha no processo de nitretação ou algum outro fator que não se pôde identificar. Portanto, optou-se por não comparar os perfis entre si e nem atribuir a queda de propriedades da amostra ATM-24 a um tempo maior de exposição, quando na verdade a sua camada nitretada não possui as mesmas características das demais.

O uso de atmosfera de gás protetora durante o aquecimento de ferramentas possui a finalidade de reduzir ou prevenir a oxidação superficial da ferramenta. Experimentalmente, esse efeito poderia ser avaliado diretamente através da medição das espessuras da camada de óxido ou indiretamente da comparação das durezas superficiais de corpos de prova submetidos ou não a essa atmosfera. Neste trabalho foi proposta a segunda opção, mas como houve a limitação de medição da dureza superficial, não foi possível realizar esta análise.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho está repleto de pontos de melhoria que podem ter influenciado nos resultados. O fato de o trabalho ter sido conduzido na indústria com certeza apresentou desafios diferentes daqueles vivenciados anteriormente no meio acadêmico, mas certamente também estimulou a capacidade criativa e crítica e deixou uma série de lições aprendidas. Além disso, o fato de ser um tema absolutamente vasto como o aço, no qual o curso de engenharia química tem pouquíssimo enfoque, também foi um grande desafio.

Dado o exposto, as sugestões de melhoria e de trabalhos futuros são a de se realizar todo o experimento novamente em melhores condições, das lições aprendidas neste trabalho:

- a) Garantia de maior fidelidade do processo de confecção das amostras: utilizar uma peça de aço novo, adicionar as etapas de acabamento superficial após o recorte por eletroerosão e antes do processo de nitretação;
- b) Medição a dureza superficial e/ou a espessura da camada de oxidação na superfície da camada nitretada, para uma discussão mais rica e permitir a avaliação do uso da atmosfera protetora de nitrogênio;
- c) Realização de testes com tempos intermediários entre 8 e 24 horas.

Pensando na relevância deste estudo para a planta industrial, a descoberta de danos à camada nitretada só é relevante quando se traduz em números: maiores gastos com renitretação e fabricação de novas ferramentas, além de descarte de produtos por problemas na qualidade. Sendo assim, um ponto de partida seria correlacionar-se dados do tempo de permanência das ferramentas nos fornos, vida útil de ferramentas e índice de ocorrência de defeitos de acabamento. Isto permitiria avaliar, na prática, a consistência e rentabilidade de futuras ações.

6 CONCLUSÕES

O presente trabalho possibilitou avaliar o efeito de ciclos térmicos nas propriedades da camada nitretada de ferramentas de extrusão de alumínio em fornos de pré-aquecimento.

A composição química e dureza iniciais do aço foram avaliadas e os valores medidos se mostraram dentro das faixas especificadas, com exceção do teor de silício (0,04% abaixo do especificado).

Da análise da micrografia da amostra nitretada, identificaram-se todas as regiões da camada previstas na teoria. A profundidade da região nitretada e da camada branca foram de $422,25 \pm 11,39 \mu\text{m}$ e $7,06 \pm 3,99 \mu\text{m}$, respectivamente, com perfil de microdureza decaindo gradualmente ao longo da zona de difusão até a dureza do substrato.

Da análise do efeito do tempo de exposição nos fornos de ferramentas, as amostras de aço submetidas a ciclos de 24 horas nos fornos mostraram um aspecto mais escurecido, indicando uma maior oxidação superficial, e com valores de microdureza menores que aquelas amostras submetidas a ciclos de 4 e 8 horas.

Foi possível verificar que a dureza da camada nitretada é reduzida quando as ferramentas são deixadas nos fornos por tempos superiores a 8 horas, identificando-se a necessidade de se reduzir esse tempo de permanência das ferramentas a altas temperatura nos fornos.

Não foi possível realizar uma comparação do uso ou não de nitrogênio como atmosfera protetora devido a impossibilidade de se medir a dureza superficial da camada nitretada.

Dado o objetivo do Trabalho de Conclusão de Curso, elaborou-se um trabalho que certamente integrou e aprofundou conhecimentos teóricos e práticos adquiridos ao longo do curso, e desenvolveram-se diversas competências e habilidades necessárias para o exercício da profissão de engenheiro químico.

REFERÊNCIAS

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. Guia técnico do alumínio: extrusão. vol. 1, 5 ed. São Paulo, 2014.

ABAL (São Paulo). Alumínio: processos de produção: extrusão. Extrusão. 2019. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/processos-de-producao/extrusao/>. Acesso em: 12 jun. 2020.

ALUMINOVO. Catálogos. 2020. Disponível em: <http://www.aluminovo.com.br/>. Acesso em: 12 jun. 2020.

ALUMINUM EXTRUDERS COUNCIL. Aluminum extrusion manual. Illinois: 4ª edição, Julho de 2014.

ASM. Metals handbook: Alloy Phase Diagrams. ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1992.

ASM. Metals handbook: Heat treating. ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1991.

ASM. Metals handbook: Materials Characterization. ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1986.

ASM. Metals handbook: Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. Vantagens do alumínio. 2020. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/vantagens-do-aluminio/>. Acesso em: 11 jan. 2020.

BENEDYK, J. C. High Performance Alloys Database, H13. 2008.

BRESCIANI F., E.; et al. Conformação Plástica dos Metais, sexta edição, Campinas, Editora da Unicamp, 2011. 383 p.

CALLISTER, William. Ciência E Engenharia de Materiais: Uma Introdução. Grupo Gen-LTC, 2000.

CASTLE, A.; AVENT, I., Die Heating In Production, Aluminum Extrusion Technology

Seminar, Chicago, 2004.

CASTLE, A.; AVENT, I., Improving the performance of extrusion dies in aluminium extrusion plants., Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago, 2012.

CCAL. O Processo industrial do Alumínio. 2019. Disponível em: <<http://ccaluminio.com.br/oaluminio/o-processo-industrial-do-aluminio/>>. Acesso em: 06 jan. 2020.

COLPAERT, H. Metalografia dos produtos comuns. 4. ed. revista e atualizada por COSTA E SILVA, André Luiz V. São Paulo: Editora Blucher, 2008.

DEMEC. Dureza Vickers. Apostila de Ciência e Engenharia dos Materiais do curso de Engenharia Mecânica da UFPR, 2006. Disponível em: <http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/EngMec_NOTURNO/TM336/> Acesso em: 01/05/2020.

DIEHL, Igor Luis; DONG, Juan; ROCHA, Alexandre da Silva. Propriedades do aço AISI 4140 nitretado a gás. Matéria (Rio de Janeiro), v. 22, n. 4, 2017.

FIELDING, Roger AP., The Single-Cell Die Oven, Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago, 2004.

GOBBI, Vagner João. Influência da nitretação a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI D2. 2009.

GOMES, André Fernandes Ferreira. Um estudo de tratamentos termoquímicos dos aços importância e aplicações da nitretação a gás. 2018.

MENZLER, D; BERGE, F., Die Heating Excellence and Energy Savings, Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago, 2012.

OTTANI, Vinicius Cardoso et al. Efeito da re-nitretação nas propriedades de matrizes de extrusão a quente de alumínio, confeccionadas em aços ferramenta Vex e H13. 2018.

QUALITECR. O que é metalografia? 2013. Disponível em: <http://qualitecr.blogspot.com/2013/03/o-que-e-metalografia.html>. Acesso em: 11 mar. 2020.

ROHDE, Regis Almir. Metalografia preparação de amostras: uma abordagem prática versão-3.0. Outubro, 2010.

SAHA, Pradip K. Aluminum extrusion technology. Asm International, 2000.

SILVA, Andre Luiz da Costa E.; MEI, Paulo Roberto. Aços e ligas especiais. Edgard Blücher, 2008.

THELNING, K. E., “Case Hardening”, in Steel and Its Heat Treatment, 1ª Ed. McGraw-Hill, 1975.

TIER, Marco Antônio D. et al. Estudo do perfil de carbono na camada nitretada do aço AISI M2. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 4, n. 2, p. 6, 2007.