

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES NANOMECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI 420 CEMENTADO POR PLASMA A BAIXA TEMPERATURA

Cristiano José Scheuer^{1,2}

Fernando Irto Zanetti^{1,3}

Carlos Maurício Lepiński^{1,3}

Rodrigo Perito Cardoso^{1,4}

Sílvio Francisco Brunatto¹

¹ Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalurgia do Pó – Departamento de Engenharia Mecânica, UFPR, 81531-990, Curitiba, PR, Brasil.

² Departamento de Engenharia Mecânica, UFSM, 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil.

³ Departamento Acadêmico de Mecânica, UTFPR, 81280-340, Curitiba, PR, Brasil

⁴ Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC, Brazil.

e-mails: cristiano.scheuer@ufsm.br, fizanetti@msn.com, lipnano@gmail.com, rodrigo.perito@labmat.ufsc.br, brunatto@ufpr.br

Resumo: Neste trabalho o aço inoxidável martensítico AISI 420 foi cementado por plasma na temperatura de 450 °C durante 4, 8, 12 e 16 h, com o intuito de investigar o efeito da aplicação do referido tratamento sobre as propriedades nanomecânicas do material tratado. Para suportar a discussão dos resultados das caracterizações nanomecânicas, o material cementado foi também caracterizado utilizando microscopia óptica, microscopia confocal de varredura a laser e por difração de raios X. Os resultados das caracterizações microestruturais revelam que a superfície cementada é composta por uma camada externa e uma camada de difusão. A camada de difusão é constituída pela fase α'_C , enquanto a camada externa por α'_C e Fe_3C . Os dados da caracterização topográfica evidenciam que a topografia e rugosidade da superfície tratada são dependentes dos parâmetros de cementação empregados. As caracterizações nanomecânicas mostram que a microestrutura, composição e topografia da superfície tratada têm efeito notável sobre suas propriedades mecânicas em nanoescala. A nanodureza da superfície tratada sofre acréscimo com o aumento do tempo de tratamento, ao passo que o módulo de elasticidade mantém-se constante independente da condição de cementação. Por fim, a resistência à deformação elástica e plástica e a recuperação elástica da superfície tratada também cresce com o tempo de cementação.

Palavras chave: Nanodureza. Módulo de Elasticidade. Nanoscratch. Martensita expandida. Cementação por plasma.

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis martensíticos da série 400 são empregados em aplicações onde um alto desempenho mecânico e tribológico e moderada resistência à corrosão são requisitados (Dalmau *et al.*, 2018). Além dessas propriedades, esta classe de material apresenta baixo custo, boa condutividade térmica e fácil reciclagem quando comparado a outros tipos de aços inoxidáveis (Verma; Taiwade, 2017), tornando seu uso atraente em diversos segmentos industriais. Devido às suas características técnicas, a demanda pelos aços inoxidáveis martensíticos da série 400 aumentou significativamente nos últimos anos. Segundo dados publicados na literatura (Baldo, 2010), a sua produção em 2007 correspondeu a 27% do volume total de produção de aços inoxidáveis, enquanto a previsão de produção para o ano de 2020 foi de 37% (aumento de cerca de 2.000 kTon no período considerado).

Apesar do seu desempenho satisfatório frente à falha por desgaste, corrosão e fadiga, devido à severidade dos meios usuais de aplicação, os aços inoxidáveis martensíticos da série 400 tendem a sofrer degradação pelos modos citados, com consequente redução da vida útil dos componentes fabricados a partir deles (Dalmau *et al.*, 2018). Considerando-se que nos últimos anos uma maior importância foi creditada à avaliação do ciclo de vida dos produtos, os impactos ambientais e os custos associados ao descarte das peças têm atraído maior atenção, e o aumento da vida útil dos produtos tornou-se estratégico (Ardente; Mathieux, 2014). Nesse cenário, a aplicação de tratamentos de superfície tornou-se uma alternativa atraente para aumentar a resistência dos materiais de engenharia aos modos de degradação mencionados e, consequentemente, para estender a vida útil dos produtos manufaturados (Suchentrunk *et al.*, 1999).

Nesse contexto, dentre as várias técnicas de processamento de superfície disponíveis para esse fim, a aplicação de tratamentos termoquímicos assistidos por plasma tem se mostrado um dos métodos mais eficientes para potencializar as propriedades de superfície dos aços inoxidáveis da série 400. O tratamento termoquímico tradicionalmente aplicado em aços carbono corresponde a cementação, a qual é normalmente realizada em temperaturas da ordem ou superiores a 900 °C. Nestes casos, o endurecimento superficial ocorre através da formação de cementita (Czerwinski, 2012). Em

contrapartida, quando aplicado sobre os aços inoxidáveis, o uso destas temperaturas promove a formação preferencial de carbonetos de cromo, uma vez que a afinidade do carbono com o cromo é maior do que com o ferro (Zhang; Bell, 1985). A formação de tais fases promove a redução do teor de cromo dissolvido em solução sólida na matriz do aço inoxidável, impedindo a passivação da sua superfície (Lippold; Kotecki, 2005). Portanto, a cementação dos aços inoxidáveis deve ser realizada em condições de baixa temperatura, para evitar a precipitação de carbonetos de cromo e seu efeito deletério sobre a resistência à corrosão da liga tratada (Lippold; Kotecki, 2008). Em baixas temperaturas, o tratamento é realizado em condições de paraequilíbrio, onde a difusão dos átomos de cromo é desprezada enquanto os átomos de carbono podem difundir livremente (Sasidhar; Meka, 2019). Nessas condições, o principal mecanismo de endurecimento é a formação de uma solução sólida supersaturada de carbono (Brunatto *et al.*, 2015).

A correta parametrização das condições de realização do tratamento de cementação por plasma a baixa temperatura sobre os aços inoxidáveis martensíticos da série 400, mais especificamente o AISI 420, foi escopo de várias pesquisas ao longo da última década (Scheuer *et al.*, 2012^{a,b,c} e Scheuer *et al.*, 2013). A partir destes trabalhos, foi demonstrado que a seleção adequada dos parâmetros de execução da cementação, permite alcançar resultados promissores em termos de incremento da dureza superficial do material tratado sem causar a sua sensitização. Neste sentido, recentemente foi mostrado que o emprego de temperaturas de cementação iguais ou inferiores a 450 °C promove um aumento significativo na resistência à corrosão (Scheuer *et al.*, 2019) e ao desgaste (Angelini *et al.*, 2016, Severo *et al.*, 2019) do aço mencionado, confirmando a potencialidade do emprego do referido tratamento.

Embora já tenha sido demonstrado o efeito benéfico da aplicação da cementação a baixa temperatura sobre o desempenho dos aços inoxidáveis martensíticos da série 400, o entendimento dos mecanismos que promovem tal resultado ainda é desconhecido. Dessa forma, as propriedades da camada superficial modificada pela introdução do carbono precisam ser melhor caracterizadas, afim de possibilitar uma melhor compreensão dos fenômenos envolvidos. Com o intuito de contribuir para o conhecimento do efeito da modificação superficial do aço AISI 420 produzida pela introdução do carbono através do tratamento de cementação por plasma, o presente trabalho relata resultados da caracterização em nanoescala do módulo de elasticidade, dureza e namorisco (*nanoscratch*) realizados empregando a técnica de indentação instrumentada.

2. METODOLOGIA

Amostras no formato de discos com 50,8 mm de diâmetro e 10 mm de espessura foram confeccionadas a partir de uma barra do aço AISI 420 (0.04% P, 0.36% Si, 13.68% Cr, 0.31% C, 0.06%Cu, 0.17%Ni, 0.75% Mn, 0.03% S, e Fe em balanço, em wt. %), fornecida no estado esferoidizado. Estas amostras foram austenitizadas a 1050 °C por 0,5 h e resfriadas ao ar. Após tratamento térmico, um acabamento superficial espelhado (Ra de aproximadamente 0,07 µm) foi obtido submetendo as amostras às operações de lixamento (utilizando lixas de carboneto de silício nas gramaturas entre 120 a 1200) e polimento (em suspensão de alumina com partículas de 1 µm) mecânico. Após acabamento, as amostras foram limpas em banho de ultrassom utilizando álcool etílico por 10 min, secas sob fluxo de ar quente e imediatamente introduzidas na câmara de cementação por plasma.

O tratamento de cementação por plasma foi realizado em um sistema de plasma DC convencional, o qual é ilustrado e descrito em retalhes por Scheuer *et al.* (2013). A etapa de limpeza sob plasma (*sputter-cleaning*) para remoção das camadas superficiais de óxido das amostras; e os parâmetros de tratamento compreendendo a tensão aplicada e a mistura, vazão e pressão dos gases utilizados foram os mesmos que aqueles empregados por Scheuer *et al.* (2019). Os tratamentos de cementação foram realizados a uma temperatura fixa de 450 °C por tempos de 4, 8, 12 e 16 h. Esse conjunto de tratamentos foram executados com o objetivo de determinar a influência das distintas características das camadas cementadas geradas sob diferentes tempos de tratamento, nas propriedades nanomecânicas da superfície tratada.

Para avaliar a microestrutura das camadas cementadas, as amostras foram preparadas de acordo com os procedimentos convencionais de preparação metalográfica. A técnica de microscopia óptica foi empregada na análise microestrutural. A técnica de difração de raios-X (DRX) na configuração Bragg-Brentano foi utilizada para determinar as fases constituintes na superfície e em diferentes profundidades das camadas cementadas, neste último caso após sucessivas remoções de material por meio de polimento mecânico controlado. As características superficiais (rugosidade e topografia) das amostras cementadas foram determinadas utilizando o módulo de perfilometria de um microscópio confocal laser.

A técnica de indentação instrumentada foi utilizada para a determinação das propriedades nanomecânicas (nanodureza, módulo de elasticidade e resistência ao nanoriscamento) das amostras cementadas. Para a realização destas medidas utilizou-se um penetrador piramidal do tipo Berkovich. As medidas foram realizadas utilizando equipamento Nano Indenter XP da marca MTS Systems, observando-se os procedimentos da norma ISO 14577. Nos ensaios para determinação da nanodureza e módulo de elasticidade foi empregada uma carga máxima de 40 gf (≈ 400 mN), em 10 carregamentos com tempo de aplicação da carga de 10 s. Utilizou-se uma matriz 5×5 para a definição de 25 pontos de leitura. Os ensaios de nanorisco foram realizados com a ponta Berkovich aplicando-se carregamento em rampa variando linearmente a partir de 0,01 mN até um valor máximo de carga foi de 400 mN. A velocidade de deslizamento foi de 10 µm/s, e o comprimento da trilha de 600 µm. Os perfis da penetração da ponta foram monitorados antes, durante e depois do risco, com a ponta varrendo a superfície sob carga de 50 µN. Os perfis de penetração durante o carregamento

e após a recuperação elástica da superfície são calculados excluindo-se a topografia original dos perfis de deslocamento. Os valores considerados correspondem a média de três leituras. As condições dos ensaios de nanodureza e nanorisco são sumarizadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições dos ensaios de nanodureza e nanorisco.

Ensaio	Variável	Valor
Nanoindentação	Tipo de indentador	Pirâmide Berkovich
	Carga máxima	400 mN
	Tempo de aplicação da carga	10 s
	Taxa de carregamento	4 mN/s
	Descarregamento	10
	Matriz de leitura	5×5
Nanorisco	Tipo de indentador	Pirâmide Berkovich
	Carga inicial	0,01 mN
	Carga final	400 mN
	Comprimento do risco	600 mm
	Número de repetições	3

Utilizou-se o método de Oliver e Pharr (1992) para determinação das relações H/E (índice de plasticidades) e H^3/E^2 (resistência à deformação plástica), da profundidade máxima de penetração do indentador durante o carregamento (h_{max}), e da profundidade do recuo residual observado após a remoção do indentador (h_f). A recuperação elástica (W_e) do material foi estimada a partir destes últimos dados utilizando-se a Eq. (1):

$$W_e = \left[1 - \left(\frac{h_f}{h_{max}} \right) \right] \times 100 \text{ (\%)} \quad (1)$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As micrografias da seção transversal das amostras tratadas a 450 °C por 4, 8, 12 e 16 h são apresentadas na Figura 1. Pode-se observar a presença de uma camada fina e contínua na superfície do material tratado, aqui chamada de camada externa (*outer layer*, segundo Scheuer *et al.*, 2012^{a,b,c} e Scheuer *et al.*, 2013) a qual, conforme indicado pelos padrões de DRX (Figura 2), é composta por uma solução sólida supersaturada de carbono no reticulado cristalino da martensita (ou seja, martensita expandida pelo carbono, ou α'_C) e por carboneto de ferro do tipo Fe_3C (cementita), e/ou eventualmente carbonetos de cromo. A aparente ausência de precipitados de carbonetos de cromo nas camadas externas obtidas a partir das diferentes condições de tratamento avaliadas é sugerido pela não ocorrência de sensitização ao longo destas. Através da Figura 1 também é possível verificar que a espessura da camada externa cresce com o aumento do tempo de cementação, exibindo valores de 1,5; 2,2; 2,6 e 2,9 μm para as amostras tratadas por 4, 8, 12 e 16 h, respectivamente. Esse aumento da espessura da camada externa com o tempo de cementação se deve ao transporte de carbono para o interior do aço ser controlado por difusão, e a profundidade de difusão ser proporcional à raiz quadrada do produto $D \times t$, onde, D representa o coeficiente de difusão para uma temperatura fixa, e t corresponde ao tempo de tratamento.

Os padrões de DRX das amostras cementadas por 450 °C entre 4 a 16 h são mostrados na Figura 2a. Para a faixa de varredura de ângulo 2θ realizada entre 30 – 60°, a amostra não tratada – NC (somente temperada) apresenta somente uma reflexão para o ângulo de 44,18°, a qual é atribuída à fase martensita (α'). Após a realização do tratamento, mudanças significativas são observadas nos padrões de DRX. Pode-se observar que nestes casos o pico α' sofreu um aumento na sua largura e um ligeiro deslocamento para ângulos 2θ menores, no caso para $\sim 44^\circ$, indicando uma expansão do parâmetro de rede e, consequentemente, a formação de tensões residuais compressivas. Isso se deve à difusão de carbono para o interior da matriz martensítica, como consequência da aplicação do tratamento de cementação. Essa fase foi nomeada martensita expandida pelo carbono (α'_C) por Frandsen *et al.* (2006), e posteriormente, por Scheuer *et al.* (2012^a), em analogia à fase martensita expandida pelo nitrogênio (α'_N), descoberta por Kim *et al.* (2003). Os picos que ocorrem nos ângulos 2θ de 39,49; 40,62; 43,46 e 45,84° correspondem à fase Fe_3C (ou M_3C), segundo o pdf n°. 76-1877 do JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Embora não tenham sido identificados picos referentes as fases carbonetos de cromo, a sua ocorrência não pode ser completamente descartada, dada a coincidência da reflexão de alguns picos destas fases com ângulos representativos das fases carboneto de ferro. É importante salientar que a técnica utilizada não identifica a precipitação nanométrica de fases secundárias, as quais foram evidenciadas nos trabalhos de Cao *et al.* (2003) e Zagonel *et al.* (2012). No entanto, mesmo que o Cr possa estar presente junto ao Fe nos carbonetos do tipo M_3C , as microestruturas apresentadas na Figura 1 reforçam a suposição de que não ocorre precipitação de carbonetos de cromo, nem de empobrecimento da matriz em cromo, uma vez que, a camada externa e de difusão não apresentam-se sensitizadas. Entretanto, acredita-se que para a condição de tratamento de 16 h, possivelmente, a precipitação de carbonetos de cromo ocorreu em seu estágio inicial (formação de *clusters*).

Na Figura 2b são mostrados os padrões de DRX realizados nas profundidades de 2,1; 14,3; e 33,8 μm , obtidas após sucessivas remoções de material por polimento na amostra cementada por 16 h. Pode-se notar que as reflexões referentes aos picos das fases carboneto desapareceram após a retirada de material da superfície à uma profundidade superior a 2,1 μm , restando somente os picos correspondentes as fases α'_C e α' . Assim, pode-se assumir que a fase carboneto está presente preferivelmente junto à camada externa da amostra cementada. Além disso, observa-se que todas as varreduras feitas em diferentes profundidades na amostra tratada indicaram a ocorrência do pico da fase α'_C . No entanto, pode-se verificar que este apresenta uma diminuição da sua expansão (deslocamento do pico para a direita), sendo esta redução mais pronunciada quanto maior a profundidade de medição após remoção. Isso está relacionando ao teor decrescente de carbono no reticulado da martensita, com o aumento da distância em relação à superfície.

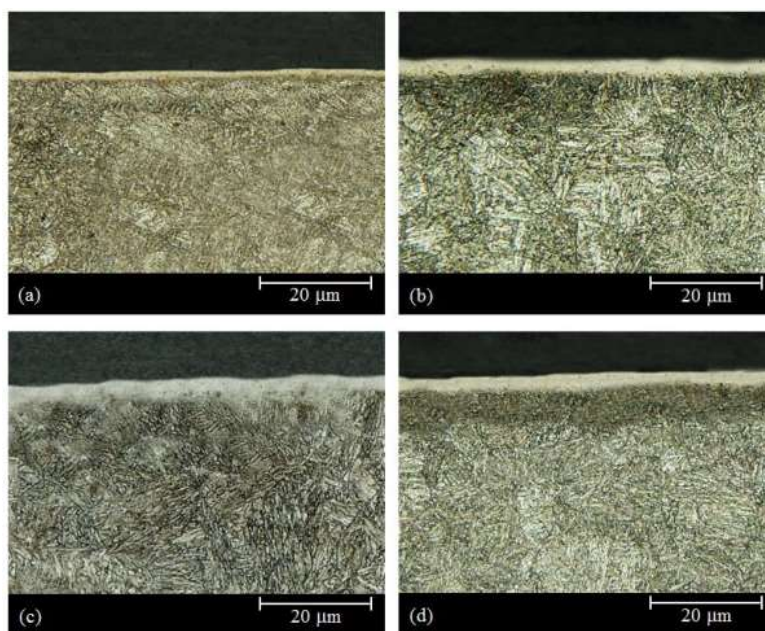


Figura 1. Micrografia da seção transversal das amostras cementadas por plasma na temperatura de 450 °C por (a) 4, (b) 8, (c) 12 e (d) 16 h.

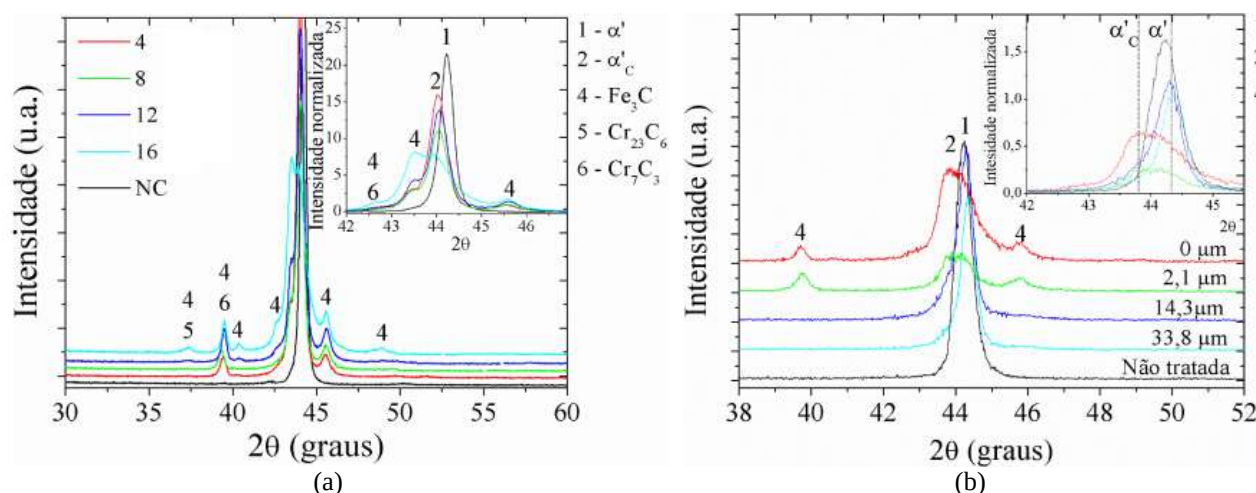


Figura 2. Padrões de DRX na configuração θ - 2θ das amostras (a) não tratada e cementadas por plasma a 450 °C por 4, 8, 12 e 16 h; e (b) cementada a 450 °C por 16 h após a sucessiva remoção de material por polimento mecânico.

Na Figura 3 são apresentadas as topografias da superfície das amostras tratadas sob as diferentes condições de cementação avaliadas. Por meio desta é possível notar a alteração da morfologia da martensita em função do incremento do tempo de tratamento, passando de martensita do tipo ripa para martensita do tipo placas, com o incremento do tempo de tratamento no intervalo entre 4 a 12 h, estando este resultado associado ao aumento do teor de carbono retido no reticulado cristalino da martensita (Brunatto *et al.*, 2018). Por outro lado, a amostra tratada por 16 h apresentou morfologia do tipo ripa, sendo este resultado relacionado à suposta precipitação de carbonetos de Cr. A rugosidade média (R_a) das superfícies cementadas sofre acréscimo com o tempo de tratamento, mostrando valores de 0,19; 0,22; 0,28 e

0,34 μm , para as amostras cementadas por 4, 8, 12 e 16 h, respectivamente. Esse aumento da Ra em função do tempo de cementação está relacionado com o maior tempo de exposição da amostra ao bombardeamento das espécies do plasma.

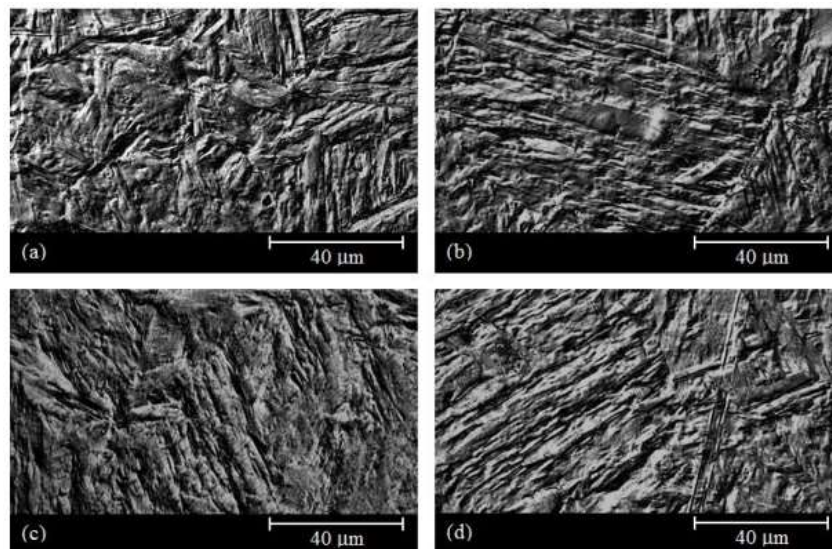


Figura 3. Topografia da superfície das amostras cementadas por plasma na temperatura de 450 °C por (a) 4, (b) 8, (c) 12 e (d) 16 h.

Tendo em vista que, conforme indicado pelos dados apresentados na Figura 1, a camada cementada é composta por uma camada exterior bastante delgada, medidas de nanodureza foram realizadas de modo a determinar as propriedades mecânicas desta última. Os valores de dureza obtidos em função da profundidade de indentação são apresentados na Figura 4a. Em média, valores no intervalo entre 12 a 15 GPa foram obtidos na superfície das amostras tratadas, sendo que a amostra não tratada apresenta dureza em torno de 5 GPa. Para todas as amostras tratadas, verifica-se um suave decréscimo da dureza da superfície em direção ao núcleo das amostras, sendo que a dureza se estabilizou no valor do núcleo a partir de uma profundidade de 765 nm (0,765 μm). Os valores baixos de dureza para as indentações realizadas nas profundidades entre 3 a 250 nm (0,03 a 0,25 μm) para a amostra tratada por 16 h, de acordo com Souza *et al.* (2006), se deve à elevada rugosidade da superfície, a qual é superior para esta condição quando comparada as demais. Medidas de dureza realizadas por indentação instrumentada em materiais com elevada rugosidade sempre mostram esse comportamento assintótico, tendendo ao valor real em regiões mais profundas (Foerster *et al.*, 2007^{a,b}). A dispersão nos valores de nanodureza medidos é atribuída também à presença de grãos com diferentes orientações cristalográficas (Foerster *et al.*, 2007^b; Lepienski *et al.*, 2008; Souza *et al.*, 2006), e, também, à presença de partículas de segunda fase com composições diferentes (Lepienski *et al.*, 2008).

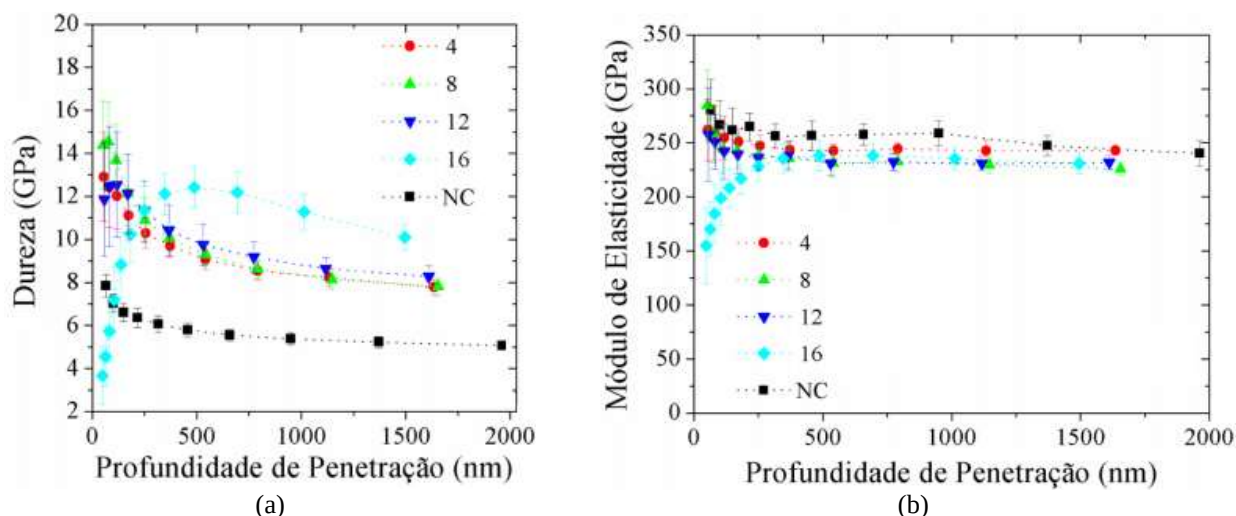


Figura 4. (a) Nanodureza e (b) módulo de elasticidade em função da profundidade de penetração para as amostras cementadas por plasma na temperatura de 450 °C por 4, 8, 12 e 16 h.

A partir dos valores de dureza e módulo de elasticidade apresentados na Figura 1, foram calculadas as razões H/E e H^3/E^2 , sendo os valores destas apresentados na Tabela 2 para cada uma das condições de tratamento estudadas. Segundo Matthews; Leyland (2000), estas razões estão relacionadas a capacidade que a superfície modificada do material possui em acomodar as deformações sofridas pelo substrato quando submetido ao carregamento. Mais especificamente, a razão H/E , chamada de deformação elástica até a ruptura, determina a resistência à deformação elástica da superfície modificada; já a razão H^3/E^2 , determina a resistência à deformação plástica da superfície modificada, sendo utilizada, igualmente, para prever a resistência ao desgaste desta (Matthews; Leyland, 2000). Igualmente, uma estimativa do valor da recuperação elástica (W_e) do material para as condições de tratamento em discussão, assim como da profundidade máxima de penetração (h_{max}) e da profundidade do recuo residual (h_f), determinados partir dos ensaios de nanoriscamento, também são apresentados na Tabela 2. Verifica-se que a camada cementada demonstra razões de H/E e H^3/E^2 superiores àquelas verificadas para a amostra não tratada. O incremento na razão H/E denota uma maior deformação elástica antes da falha por deformação plástica ou fissuramento (Bao *et al.*, 2004; Lawn; Howes, 1991). Por sua vez, o aumento da relação H^3/E^2 indica uma menor taxa de desgaste (Matthews; Leyland, 2000; Tsui *et al.*, 1995). Além disso, a maior recuperação elástica estimada para a camada cementada quando comparada ao material não tratado, evidencia a predominância do mecanismo de deformação elástica durante a deformação do material. Essa característica indica a maior capacidade do material cementado, quando comparado ao não tratado, de absorver energia e liberá-la ao ambiente, sem sofrer uma deformação plástica significativa. Esse resultado destaca a potencial superioridade da resistência ao desgaste por deslizamento ou por cavitação do material tratado, tendo em vista que, a energia de contato e/ou impacto, será absorvida elasticamente e, em seguida, liberada ao meio, não promovendo danos permanentes ao material. Aparentemente, a aplicação do tratamento de cementação promoveu um incremento no limite de escoamento do material tratado, na região da camada cementada. O desempenho da camada tratada, segundo Espitia *et al.* (2015), no caso da nitretação, é controlado pela resistência à deformação elastoplástica da martensita expandida pelo nitrogênio. A análise dos dados da Tabela 2 também permitem inferir que os valores das relações H/E e H^3/E^2 para as amostras cementadas são similares entre si. Essa similaridade indica que as amostras tratadas a uma mesma temperatura, independentemente do tempo de tratamento, apresentam uma tendência a terem propriedades similares, pelo menos na região mais próxima à superfície. Outrossim, nota-se que a profundidade máxima do risco decresce com o aumento do tempo de tratamento no intervalo entre 4 a 12 h e cresce para 16 h. Esse decréscimo pode estar relacionado à suposta precipitação em nanoescala de carbonetos de cromo, reduzindo o teor de carbono em solução sólida e, conseqüentemente, a resistência da superfície. Constatase também que os valores da recuperação elástica do material tratado são numericamente iguais para todas as condições de temperatura de tratamento estudadas. Essa similaridade entre os resultados pode estar vinculada a homogeneidade entre as características da superfície mais externa obtida em cada condição de tratamento avaliada. É importante mencionar que os valores de W_e aqui obtidos são similares àqueles encontrados por Espitia *et al.* (2015) em amostras do aço inoxidável martensítico AISI 410 nitretado por plasma na configuração gaiola catódica (ou *active screen*).

Tabela 2. Razões H/E e H^3/E^2 , profundidade máxima de penetração (h_{max}), profundidade do recuo residual (h_f), e recuperação elástica (W_e) das amostras do aço AISI 420 cementadas por plasma a 450° C por 4, 8, 12 e 16 h.

Condição	H/E	H^3/E^2 (GPa)	h_f (nm)	h_{max} (nm)	W_e (%)
NC	$0,022 \pm 0,003$	$0,0028 \pm 0,0005$	1241	1512	19 ± 04
4 h	$0,038 \pm 0,003$	$0,0140 \pm 0,0032$	918	1360	47 ± 05
8 h	$0,039 \pm 0,004$	$0,0135 \pm 0,0040$	604	1180	44 ± 06
12 h	$0,038 \pm 0,003$	$0,0140 \pm 0,0030$	478	1055	50 ± 08
16 h	$0,038 \pm 0,003$	$0,0151 \pm 0,0060$	552	1140	52 ± 07

Os perfis de penetração dos riscos obtidos nos ensaios de nanorisco realizados sobre as amostras cementadas a 450 °C por 4, 8, 12 e 16 h são mostrados na Figura 5. Verifica-se que as profundidades dos riscos são decrescentes dentro do intervalo de tratamento de 4 a 12 h, evidenciando um incremento na resistência ao riscamento com o aumento do tempo de tratamento para o intervalo citado. Isso se deve, conforme mencionado anteriormente, ao acréscimo do teor de carbono retido em solução sólida, promovendo o incremento da resistência mecânica do material. Por outro lado, pode-se notar um aumento da profundidade do risco para a amostra tratada a 16 h quando comparada àquela tratada por 12 h, evidenciando a diminuição da resistência mecânica para essa condição o que pode ser creditado a suposta precipitação em nanoescala de carbonetos de cromo. Por fim, a ocorrência de perfil serrilhado se deve à rugosidade das superfícies tratadas, de acordo com Souza *et al.* (2006).

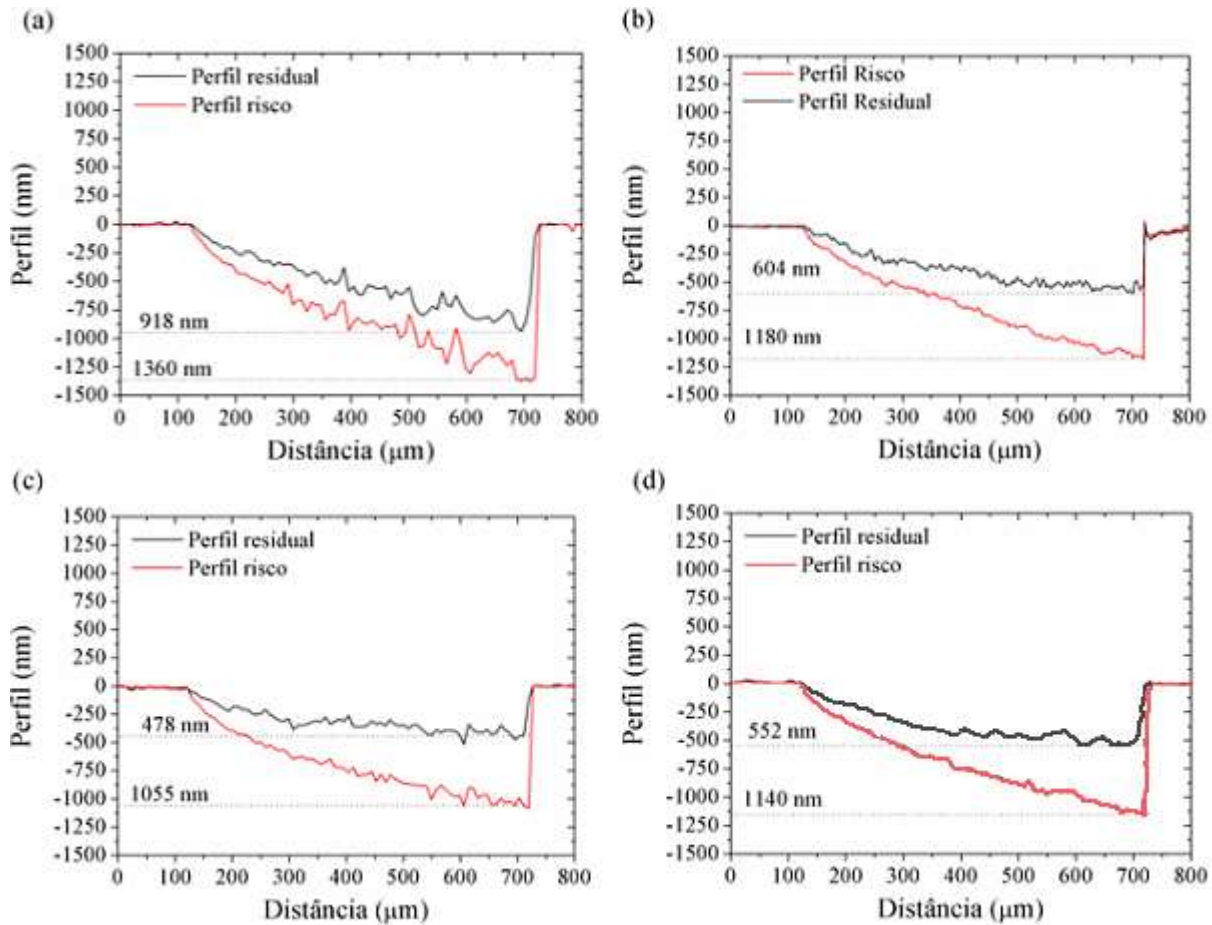


Figura 5. Perfil de penetração dos ensaios de nanorisco realizados nas amostras do aço AISI 420 cementadas por plasma a 450° C por (a) 4, (b) 8, (c) 12 e (d) 16h.

4. CONCLUSÃO

A partir dos resultados apresentados pode-se concluir que:

- A superfície cementada é composta por uma camada externa e uma camada de difusão. A camada de difusão é constituída pela fase α'_C , enquanto a camada externa por α'_C e Fe_3C ;
- A topografia e rugosidade da superfície tratada são dependentes do tempo de cementação, sendo que a rugosidade cresce com o seu incremento.
- A cementação por plasma promove um acréscimo na dureza da superfície do aço AISI 420. Esse aumento é crescente com o incremento do tempo de tratamento para a temperatura de 450 C;
- Os valores do módulo de elasticidade da superfície do aço AISI 420 não sofrem alteração como resultado da aplicação do tratamento de cementação;
- Os valores das razões H/E , H^3/E^2 e W_e das amostras cementadas são maiores quando confrontados aos equivalentes medidos na amostra não cementada; e,
 - Os valores das profundidades máxima de penetração e de recuo residual das amostras cementadas são menores aos equivalentes medidos na amostra não cementada.

5. REFERÊNCIAS

- Angelini V., Boromei I., Martini C., Scheuer C.J., Cardoso R.P., Brunatto S.F., Ceschini, L. Dry sliding behavior (block-on-ring tests) of AISI 420 martensitic stainless steel, surface hardened by low temperature plasma-assisted carburizing. *Tribology International* 103 (2016) 555–565.
- Ardente F., Mathieux F. Environmental assessment of the durability of energy-using products: method and application. *Journal of Cleaner Production* 74 (2014) 62–73.
- Baldo S. Innovative steels for structural and corrosion resistance applications. Dissertation. Italy: University of Padua; 2010.

- Bao Y.W., Wang W., Zhou Y.C. Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements. *Acta Materialia* 52 (2004) 5397.
- Brunatto S.F., Cardoso R.P., Scheuer C.J. Martensitic Stainless Steel: Direct Current Low-Temperature Plasma Carburizing. In: *Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys* (2015), pp. 2153-2168.
- Brunatto S.F., Scheuer C.J., Boromei I., Martini C., Ceschini, L., Cardoso R.P. Martensite coarsening in low-temperature plasma carburizing, *Surface & Coatings Technology* 350 (2018) 161–171.
- Cao Y., Ernst F., Michal G. Colossal carbon supersaturation in austenitic stainless steels carburized at low temperature. *Acta Materialia* 51 (2003) 4171–4181.
- Czerwinski F. Thermochemical treatment of metals, *Heat Treatment - Conventional and Novel Applications*, Frank Czerwinski, IntechOpen, 2012.
- Dalmau A., Richard, C. Igual-Muñoz A. Degradation mechanisms in martensitic stainless steels: Wear, corrosion and tribocorrosion appraisal. *Tribology International* 121 (2018) 167–179.
- Espitia L.A., Dong H., Li X.Y., Pinedo C.E., Tschiptschin A.P. Cavitation erosion resistance and wear mechanisms of active screen low temperature plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel. *Wear* 332-333 (2015) 1070–1079.
- Foerster C.E., Serbena F.C., Silva S.L.R., Lepienski C.M., Ueda M. Mechanical and tribological properties of AISI 304 stainless steel nitrided by glow discharge compared to ion implantation and plasma immersion ion implantation. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B.* 257 (2007) 732–736.
- Foerster C.E., Souza J.F.P., Silva C.A., Ueda M., Kuromoto N.K., *et al.* Effect of cathodic hydrogenation on the mechanical properties of AISI 304 stainless steel nitrided by ion implantation, glow discharge and plasma immersion ion implantation. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B.* 257 (2007) 727–731.
- Frandsen R.B., Christiansen T., Somers M.A.J. Simultaneous surface engineering and bulk hardening of precipitation hardening stainless steel. *Surface and Coatings Technology* 200 (2006) 5160–5169.
- Kim S.K., Yoo J.S., Priest J.M., Fewell M.P. Characteristics of martensitic stainless steel nitrided in a low-pressure RF plasma. *Surface and Coatings Technology* 163–164 (2003) 380–385.
- Lawn B.R., Howes V.R. Elastic recovery at hardness indentations. *Journal of Materials Science* 2745 (1991) 2752.
- Lepienski C.M., Nascimento F.C., Foerster C.E., Silva S.L.R., Siqueira C.J.M, Alves Jr. C. Glow discharge nitriding in AISI 304 at different nitrogen–hydrogen atmospheres: Structural, mechanical and tribological properties. *Materials Science and Engineering A* 489 (2008) 201–206.
- Lippold J.C., Kotecki D.J. *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*. John Wiley, Hoboken, 2005.
- Matthews A., Leyland A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coatings approach to optimized tribological behavior. *Wear* 246 (2000) 1–11.
- Oliver W.C., Pharr G.M. A new improved technique for determining hardness and modulus using load and sensitive indentation experiments. *Journal of Materials Research* 7 (1992) 1564–1582.
- Sasidhar K.N., Meka S.R. Thermodynamic reasoning for colossal N supersaturation in austenitic and ferritic stainless steels during low-temperature nitridation. *Scientific Reports* 9 (2019) 7996.
- Severo F. da S., Scheuer C.J., Cardoso R.P., Brunatto S.F. Cavitation erosion resistance enhancement of martensitic stainless steel via low-temperature plasma carburizing. *Wear* 428–429 (2019) 162–166.
- Scheuer C.J., Cardoso R.P., Mafra M., Brunatto S.F. AISI 420 martensitic stainless steel low-temperature plasma assisted carburizing kinetics. *Surface and Coatings Technology* 214 (2013) 30–37.
- Scheuer C.J., Cardoso R.P., Zanetti F.I., T. Amaral T., Brunatto S.F. Low-temperature plasma carburizing of AISI 420 martensitic stainless steel: Influence of gas mixture and gas flow rate. *Surface and Coatings Technology* 206 (2012) 5085-5090.
- Scheuer C.J., Anjos A.D., Cardoso R.P., Brunatto S.F. Cementação assistida por plasma a baixa temperatura do aço inoxidável martensítico AISI 420: influência da tensão de pico aplicada. In: *VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica*, 2012, São Luís/MA. *Anais do CONEM* 2012.
- Scheuer C.J., Anjos A.D., Cardoso R.P., Brunatto S.F. low temperature plasma assisted carburizing of AISI 420 martensitic stainless steel: influence of treatment gas pressure. In: *20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, 2012, Joinville/SC. *Anais do CBECiMat* 2012.
- Scheuer C.J., Possoli F.A.A., Borges P.C., Cardoso R.P., Brunatto S.F. AISI 420 martensitic stainless steel corrosion resistance enhancement by low-temperature plasma carburizing. *Electrochimica Acta* 317 (2019) 70–82.
- Souza G.B., Foerster C.E., Silva S.L.R., Lepienski C.M. Nanomechanical properties of rough surfaces. *Materials Research* 9 (2006) 159-163.
- Suchentrunk R, Fuessler H.J, Staudigl G., Jonke D. Plasma surface engineering - innovative processes and coating systems for high-quality products. *Surface and Coatings Technology* 112 (1999) 351–357.

- Tsui T.Y., Pharr G.M., Oliver W.C., Bhatia C.S., White R.L., Anders S. Nanoindentation and nanoscratching of hard carbon coatings for magnetic disks. *Mater Res Soc Symp Proc* 383 (1995) 447.
- Verma J., Taiwade R.V. Effect of welding processes and conditions on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steel weldments - A review. *Journal of Manufacturing Processes* 25 (2017) 134–152.
- Zagonel L.F., Bettini J., Basso R.L.O., *et al.* Nanosized precipitates in H13 tool steel low temperature plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology* 207 (2012) 72–78.
- Zhang Z.L., Bell T. Structure and corrosion resistance of plasma nitrided stainless steel. *Surface Engineering* 1 (1985) 131–136.
- Zhang Z.L., Bell T. Structure and corrosion resistance of plasma nitrided stainless steel. *Surface Engineering* 1 (1985) 131–136.

6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

NANOMECHANICAL PROPERTIES CHARACTERIZATION OF AISI 420 MARTENSITIC STAINLESS STEEL PLASMA CARBURIZED AT LOW TEMPERATURE

Cristiano José Scheuer^{1,2}

Fernando Irto Zanetti^{1,3}

Carlos Maurício Lepienski^{1,3}

Rodrigo Perito Cardoso^{1,4}

Sílvio Francisco Brunatto¹

¹ Plasma Assisted Manufacturing Technology & Powder Metallurgy Group - Department of Mechanical Engineering, UFPR, 81531-990, Curitiba, PR, Brazil.

² Department of Mechanical Engineering, UFSM, 97105-900, Santa Maria, RS, Brazil.

³ Academic Department of Mechanics, UTFPR, 81280-340, Curitiba, PR, Brazil.

⁴ Department of Mechanical Engineering, UFSC, 88040-900, Florianópolis, SC, Brazil.

e-mails: cristiano.scheuer@ufsm.br, fizanetti@msn.com, lipnano@gmail.com, rodrigo.perito@labmat.ufsc.br, brunatto@ufpr.br

Abstract. In this work, the AISI 420 martensitic stainless steel was plasma carburized at 450 °C for 4, 8, 12 and 16 h, in order to investigate the effect of the treatment application on the treated material nanomechanical properties. To support the discussion of the nanomechanical characterizations results, the carburized material was also characterized using optical microscopy, confocal laser scanning microscopy and X-ray diffraction. Microstructural characterization results reveal that the carburized surface is composed of an outer layer and a diffusion layer. The diffusion layer consists of the α'_C phase, while the outer layer consists of α'_C and Fe_3C . The topographic characterization data show that the treated surface texture and roughness are dependent on the employed carburizing parameters. Nanomechanical characterizations show that the treated surface microstructure, composition and topography have a notable effect on its nanoscale mechanical properties. The treated surface nano-hardness increases with increasing carburizing time, while the elastic modulus remains constant regardless of the carburizing condition. Finally, the treated surface elastic and plastic deformation resistance and its elastic recovery also increases with the carburizing time.

Keywords: Nanohardness. Elastic modulus. Nanoscratch. Expanded martensite. Plasma carburizing.

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.