

EVOLUÇÃO DA TOPOGRAFIA DO AÇO SAF 2507 DURANTE A NITRETAÇÃO: RESULTADOS OBTIDOS A PARTIR DE UMA NOVA TÉCNICA VIA MICROSCOPIA CONFOCAL

Carlos Eduardo Alves Feitosa

Universidade Federal do Paraná – UFPR. Av. Cel. Francisco H. dos Santos, 100 - Jardim das Américas, Curitiba - PR, 81530-000
carlos.feitosa@ufpr.br

Rodrigo Perito Cardoso

Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC. Rua Roberto Sampaio Gonzaga, s.n – Trindade, Florianópolis – SC, 88040-900.
rodrigo.perito@labmat.ufsc.br

Silvio Francisco Brunatto

Universidade Federal do Paraná – UFPR. Av. Cel. Francisco H. dos Santos, 100 - Jardim das Américas, Curitiba - PR, 81530-000
brunatto@ufpr.br

Resumo. Amostras de aço inoxidável duplex SAF 2507 foram submetidas a nitretação por plasma à baixa temperatura por 1, 3, 9 e 27 horas a 350 °C usando mistura gasosa de 70% N₂, 20% H₂ e 10% Ar. A técnica usada para caracterizar as amostras foi recentemente desenvolvida e possibilita avaliar a variação de altura da amostra nitretada em relação à amostra sem tratamento usando microscopia confocal de varredura a laser, o que permite distinguir quais efeitos são predominantes no curso da nitretação, a expansão de fases ou o sputtering. Os resultados apresentados aqui sugerem que, para as condições estudadas, há um crescimento de fases com o passar do tempo, entretanto de maneira desigual para grãos ferríticos e austeníticos.

Palavras chave: Nitretação por plasma. SAF 2507. Microscopia confocal. Evolução topográfica.

1. INTRODUÇÃO

Dentre os materiais de engenharia, os aços se destacam pela variedade de propriedades químicas e mecânicas conseguidas com técnicas já muito consolidadas na literatura científica, como a adição de elementos intersticiais e/ou substitucionais na composição, tratamentos térmicos como a tempera e revenimento, tratamentos termoquímicos, como a nitretação, e processamento mecânicos como a conformação, o que permite a tais materiais uma ampla gama de aplicações em diversos setores da indústria (OUTOKUMPU, 2013). Uma das classes de aços é a dos aços inoxidáveis que possuem em sua composição um teor de Cromo, dissolvido em solução sólida, acima de 12%, o que lhes garante, como o nome sugere, a propriedade de inoxidabilidade. Nesta classe de aços esta a subclasse dos aços inoxidáveis duplex, cuja principal característica é sua microestrutura contendo quantidade balanceada de austenita e ferrita (LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

A nitretação, a cementação e a carbonitretação por plasma à baixa temperatura são tratamentos termoquímicos empregados para introduzir elementos intersticiais a partir da superfície dos metais sem retirar de solução sólida o cromo dissolvido, proporcionando aumento de dureza, de resistência ao desgaste e de resistência à corrosão, mantendo-se a inoxidabilidade.

Nesse trabalho, são apresentados resultados de uma técnica recentemente publicada Feitosa *et. al.*, 2020 para avaliar a superfície de amostras nitretadas usando microscopia confocal de varredura a laser, o que permitiu, dentre outras coisas, aferir o crescimento ou decréscimo dos domínios cristalinos do aço estudado. Neste trabalho focaremos no estudo da variação da topografia das amostras com o tempo de tratamento.

2. METODOLOGIA

2.1. Preparação da amostra

Amostras de aço inoxidável duplex SAF 2507 com dimensões de 20 x 20 x 3 mm³ e composição química Fe - 25,5% Cr - 6,6% Ni - 4,1% Mo foram lixadas e polidas até que a rugosidade Sa da superfície fosse de 0,020 ± 0,004 µm. Antes do tratamento, foram feitas marcas de indentação Vickers no centro da amostra, distanciadas a 500 µm umas das outras. Tais marcas servem exclusivamente de referência para se localizar os mesmos grãos antes e depois da nitretação para posterior comparação. Um esquema ilustrando as indentações na amostra pode ser observado na Fig. 1. Depois disso, uma lâmina de aço inoxidável de 100 µm de espessura foi soldada na superfície da amostra cobrindo parcialmente as indentações Vickers. O objetivo dessa lâmina é servir como uma barreira física para o plasma. Assim, a amostra é nitretada em apenas uma região da superfície polida, o que permite uma comparação entre a região tratada e a região não tratada. Na Figura 1 é possível visualizar a lâmina sobre a superfície polida e as marcas da solda ponto usada para fixá-la na superfície. Após a nitretação, a lâmina é removida da superfície da amostra para realização da análise da superfície.

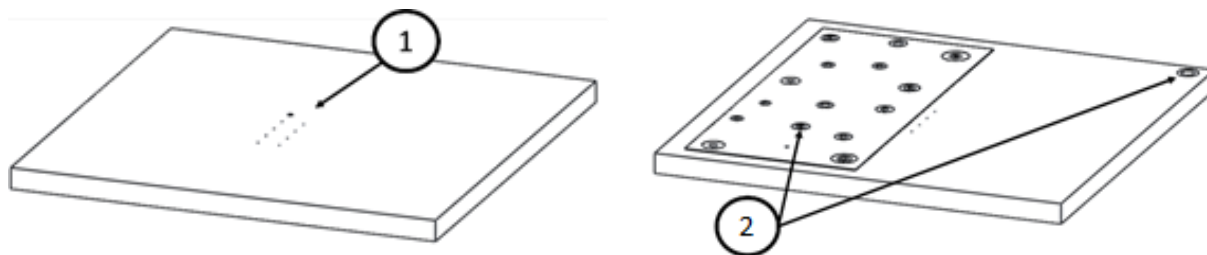


Figura 1. Esquemático da amostra mostrando 1: as marcas de indentação e 2: a lâmina de aço inoxidável soldada sobre a superfície da amostra cobrindo parcialmente as indentações Vickers (Adaptado de Feitosa *et. al*, 2020)

2.2. Nitretação por plasma à baixa temperatura

A nitretação por plasma à baixa temperatura foi realizada em uma câmara de vácuo a 3 Torr (400 Pa) com mistura gasosa contendo 70% N₂, 20% Ar e 10% H₂, todos com pureza de 99,999%. A fonte de alimentação elétrica pulsada usada para geração do plasma foi ajustada na tensão de 700 V, com o cátodo (amostra) posicionado no centro da câmara de nitretação. Para aferir a temperatura foi usado um termopar do Tipo K chromel-alumel de Ø4,5 mm no centro do porta-amostra e o controle da temperatura foi realizado ajustando o tempo de pulso ligado da fonte. Mais detalhes sobre a câmara usada para nitretação e detalhes sobre os procedimentos, vide Feitosa (2020). A temperatura de nitretação foi mantida constante em 350 °C ao passo que os tempos de nitretação foram de 1, 3, 9 e 27 horas.

2.3. Análise por microscopia confocal

O microscópio confocal de varredura a laser Olympus OLS4100® foi usado para análise topográfica das amostras. Para essa abordagem, foi usada uma técnica via *software* chamada *stitching* na qual é possível fazer uma montagem de imagens tiradas uma do lado da outra, preservando as informações referentes a altura da amostra e resolução da imagem. Assim, cada imagem apresentada é composta de 4 imagens tiradas em sequência numa mesma amostra pós-tratamento, desde a região não tratada até a região nitretada. A magnificação utilizada foi de 200X, suficiente para distinguir perfeitamente os grãos de cada uma das fases do aço em questão. A região de efeito de borda na fronteira entre a área coberta pela máscara de tratamento e a área nitretada não é alvo de estudo desse trabalho. Mais detalhes sobre a técnica podem ser consultados em Feitosa *et. al.* (2020) e Feitosa (2020).

2.4. Altura Global e Altura Local

Para a análise de resultados desse trabalho, foram usadas duas nomenclaturas distintas para se referir às alturas medidas. Altura global diz respeito a altura média da região não nitretada até a região tratada. A região não nitretada da amostra é aquela que foi coberta pela lâmina de aço inoxidável no momento da nitretação e por isso preserva-se na condição de polida. Como a amostra é composta por domínios ferríticos e austeníticos que possuem crescimentos diferentes ao longo da nitretação, foi necessária uma área de análise maior onde coubessem vários grãos α e γ e assim uma média de alturas entre as duas fases foi obtida.

Por outro lado, trata-se por altura local a medida aferida da região não tratada até um único grão α ou γ . Para tal, a área de análise foi reduzida de modo que todas as arestas de um retângulo usado na demarcação coubessem dentro de um único grão. Na Figura 2 pode-se observar as regiões tratadas (a direita) e não tratadas (a esquerda), bem como as áreas usadas para aferir as alturas globais (retângulo verde na imagem superior) e locais (retângulo verde na ampliação da Fig. 2). Na ampliação da Fig. 2 também é possível visualizar um domínio de austenita de cor cinza claro, domínios de ferrita em tons de cinza escuro e uma terceira coloração que aqui foi tratada por “outra fase”, devido ao seu aspecto contendo pelo menos duas cores diferentes. É importante salientar que já foi provado na literatura técnica que toda a superfície da amostra se transforma, no curso da nitretação, em austenita expandida por nitrogênio. Assim, a denominação de austenita, ferrita e “outra fase” faz-se necessário para diferenciar as ocorrências na superfície da amostra.

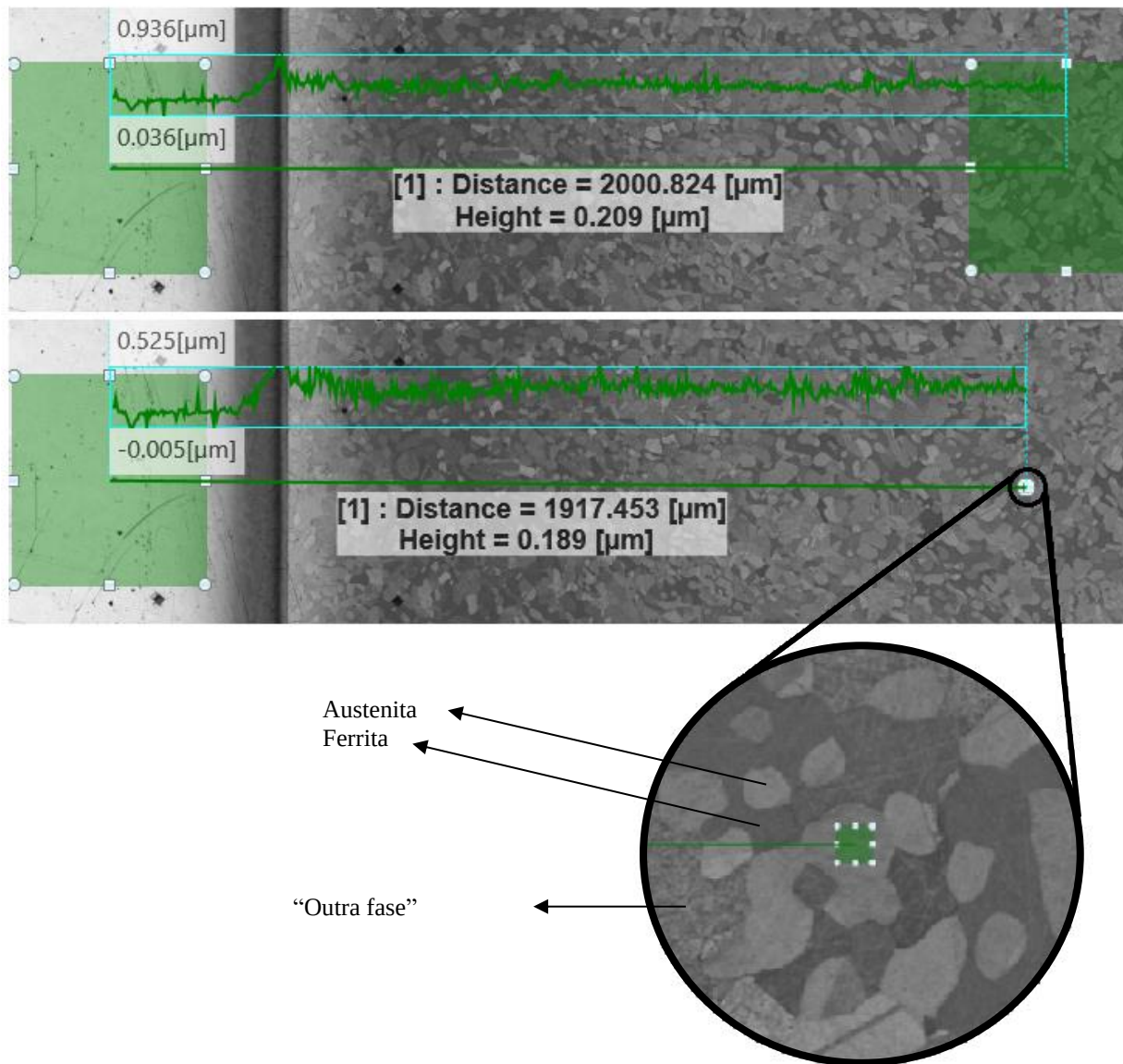


Figura 2. Método usado para medir a altura global e local das amostras via microscópio confocal de varredura a laser

Adaptado de Feitosa (2020)

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Figura 3 são apresentados os resultados da altura local das amostras (em μm) em função do tempo de nitretação (em horas). Os pontos relativos à altura da austenita são aqueles na cor azul, ao passo que os da ferrita são laranja e os da "outra fase" são cinza. Todavia, foi observado que essa morfologia da "outra fase" que cresce preferencialmente em domínios ferríticos tem um comportamento de crescimento semelhante a austenita. Analisando as linhas de tendências plotadas na Fig. 3, fica claro que a inclinação projetada da austenita é semelhante à da "outra fase". Outra forma de visualizar quantitativamente essa observação é pelo coeficiente angular das retas da austenita e da "outra fase", respectivamente descritas nas Eq. 1 e 3. Cabe ainda destacar que, em todo o curso da nitretação, a altura local da "outra fase" é superior as demais. Possivelmente, trata-se de uma orientação cristalina da ferrita favorecida pela difusão de nitrogênio e/ou favorável à transformação da austenita expandida (MARTINAVIČIUS ET. AL., 2011). Todavia, mais análises precisam ser feitas para comprovar esta hipótese.

Ao comparar a altura local da ferrita com a austenita na Fig. 3, fica evidente que o tempo de nitretação faz com que haja uma inversão de alturas. Igualando as Equações 1 e 2, descobre-se que o tempo no qual a altura dessas fases é igual é de aproximadamente 9 horas, o que coincide com um dos tempos adotados para nitretação. Com 1 hora, nota-se

claramente que a ferrita está mais alta que a austenita e com 27 horas de nitretação, houve uma inversão, estando a austenita mais alta do que a ferrita. O limite de solubilidade da austenita é maior do que o da ferrita, ao passo que a difusividade em estruturas cristalinas cúbicas de corpo centrado como os da ferrita é maior do que o da austenita cúbica de faces centradas (LARISCH *ET. AL.*, 1999). Assim, pode-se supor que o nitrogênio proveniente da atmosfera nitretante se difunde mais rápido nos domínios ferríticos e por isso ela se mostra mais elevada para tempos de nitretação reduzidos. Já a austenita tem difusividade menor, por isso menor altura em tempos menores, e solubilidade maior, o que explica o aumento de volume para tempos maiores, com o nitrogênio sendo difundido lentamente, mas de forma constante. O resultado disso é a altura local da austenita sendo mais elevada para tempos de nitretação maiores, como 27 horas. Contudo se sabe que a nitretação promove a transformação da superfície dos grãos ferríticos em austenita expandida, e a interpretação proposta, principalmente para elevados tempos de tratamento, certamente é mais complexa e envolve outros mais fenômenos.

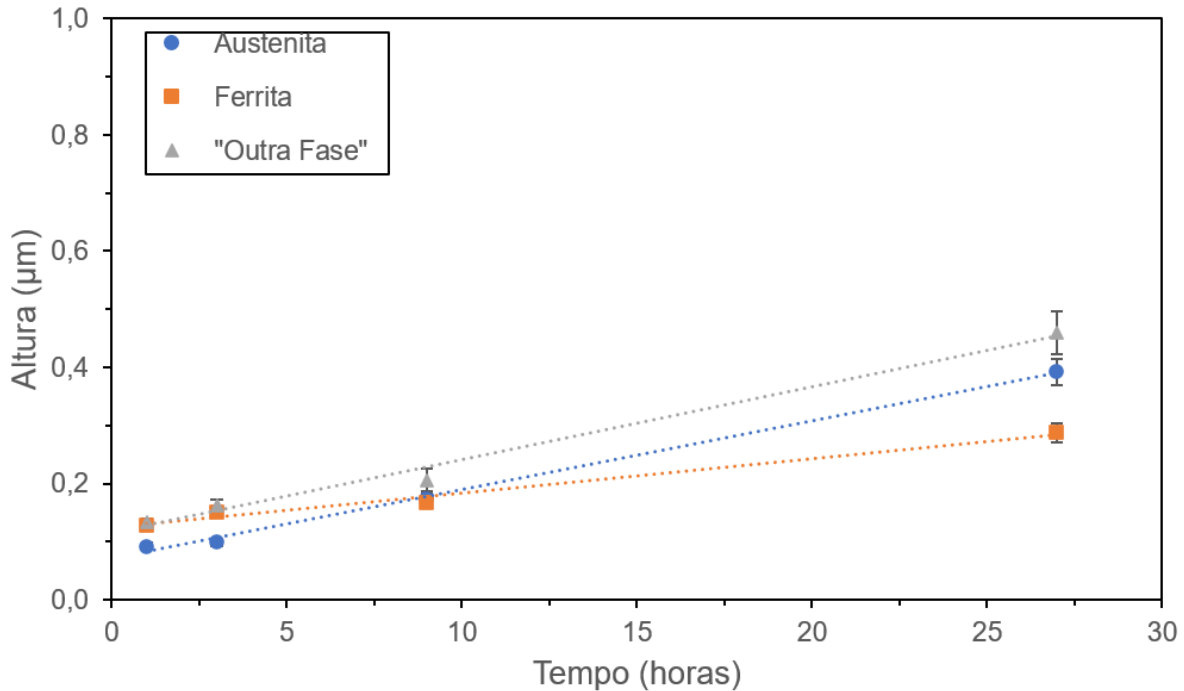


Figura 3. Altura local das fases em função do tempo de nitretação (Feitosa, 2020)

$$A(t)_{austenita} = 0,0118t + 0,0704 \quad (1)$$

$$A(t)_{ferrita} = 0,0059t + 0,124 \quad (2)$$

$$A(t)_{\text{"outra fase"}} = 0,0125t + 0,1156 \quad (3)$$

A altura global das amostras nitretadas em função do tempo de nitretação pode ser visualizada na Fig. 4. Novamente, observa-se que o comportamento linear das fases analisadas na Fig. 3, se refere quando a área de análise é grande suficiente para contemplar tanto domínios austeníticos quanto ferríticos. Além disso, a análise feita pelo coeficiente angular da linha de tendencia plotado (Eq. 4) revela, como esperado, que a inclinação da reta da amostra como um todo é intermediária entre a austenita e a ferrita. Outra observação importante a ser feita na Fig. 3 são os valores positivos de todas as amostras (1, 3, 9 e 27 horas) revelando que em todas as condições há um aumento do volume devido a expansão de fases.

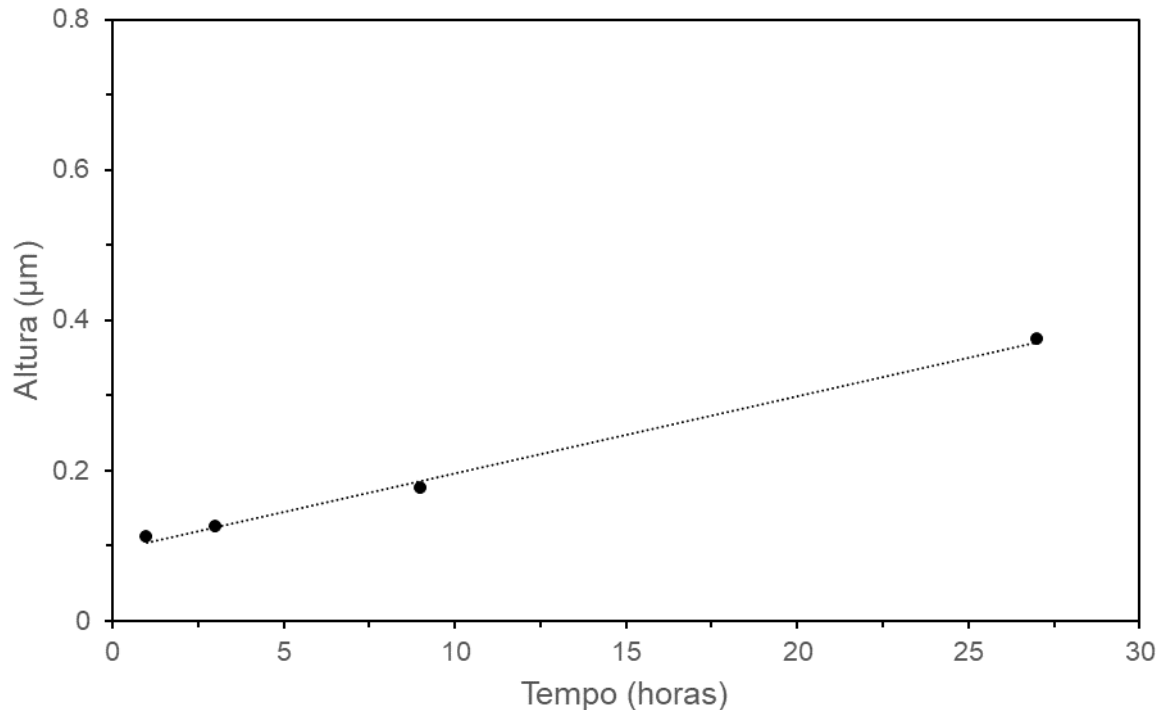


Figura 41. Altura global das amostras em função do tempo de nitretação
(Feitosa, 2020)

$$A(t)_{global} = 0,0102t + 0,0944 \quad (4)$$

4. CONCLUSÕES

A técnica desenvolvida para análise de evolução da topografia e da altura das fases por microscopia confocal de varredura a laser provou-se eficaz na quantificação do crescimento de fases no curso da nitretação por plasma à baixa temperatura. Para os resultados em uma série que avalia o crescimento de camadas com o passar do tempo, fica evidente que o efeito da expansão de fases pelo enriquecimento de nitrogênio da superfície prevalece sobre o efeito do *sputtering*, com todas as amostras da série apresentando algum nível de crescimento. Todavia, está claro que para aços com microestrutura predominantemente formada por austenita e ferrita como é o caso do SAF 2507, um comportamento distinto de crescimento foi encontrado para a camada formada sobre grãos das duas fases, com a austenita tendo um crescimento menor em relação a ferrita nas primeiras horas de nitretação, ao passo que na vigésima sétima hora de tratamento, a austenita se torna a fase mais elevada. Nas imagens de microscopia confocal, também foram encontradas evidências de uma expansão mais acentuada em alguns grãos de domínios ferríticos, que aqui foi provisoriamente chamada de “outra fase”. Essa “outra fase” apesar de crescer em cima de grãos ferríticos possui uma taxa de crescimento semelhante à da austenita.

5. AGRADECIMENTOS

CAPES, CNPq, MCTI-CNPq -Aquaviário e PRONEX-Fundação Araucária.

6. REFERÊNCIAS

- Feitosa, C.E.A., Cardoso, R.P., Brunatto, S.F., 2020.” Development of a methodology for measuring the evolution of duplex stainless steel low-temperature plasma nitrided phases expansion using confocal laser scanning microscopy”. In *Proceedings of the XLI Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência (CBrAVIC2020)*. Foz do Iguaçu, Brazil.
- Feitosa, C.E.A., 2020. *Evolução da camada nitretada a baixa temperatura sobre as fases α e γ do aço inoxidável duplex SAF 2507: Estudo a partir de uma técnica de rastreamento de grãos*, Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Paraná, Curitiba.
- Larisch, B., Brusky, U., Spies, H. J., 1999. “Plasma nitriding of stainless steels at low temperatures”. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 116-119, p. 205-211.

Lippold, J.C. e Kotecki, D.J., 2005. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. John Wiley & Sons, New Jersey, 1ª edição.

Martinavičius, A., Abrasonis, G., Möller, W., 2011. "Influence of crystal orientation and ion bombardment on the nitrogen diffusivity in single-crystalline austenitic stainless steel". *Journal of Applied Physics*, Vol. 110.

Outokumpu, 2013. *Handbook of Stainless Steel*. Outokumpu Oyj, Espoo.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

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

TOPOGRAPHIC EVOLUTION OF SAF 2507 NITRIDED STEEL SURFACE: RESULTS OBTAINED BY USING A NEW TECHNIQUE VIA CONFOCAL MICROSCOPY

Carlos Eduardo Alves Feitosa

Federal University of Paraná. 100 Cel. Francisco H. dos Santos Ave, Curitiba, PR, 81530-000, Brazil.

carlos.feitosa@ufpr.br

Rodrigo Perito Cardoso

Federal University of Santa Catarina – UFSC. Roberto Sampaio Gonzaga St, Florianópolis, SC, 88040-900, Brazil.

rodrigo.perito@labmat.ufsc.br

Silvio Francisco Brunatto

Federal University of Paraná. 100 Cel. Francisco H. dos Santos Ave, Curitiba, PR, 81530-000, Brazil.

brunatto@ufpr.br

Abstract. Samples of the SAF 2507 duplex stainless steel were subjected to low-temperature plasma nitriding for 1, 3, 9 and 27 hours at 350 °C using a gas mixture of 70% N₂, 20% H₂ and 10% Ar. The technique used to characterize the samples was recently developed and concerns measurement of the height of the nitrided sample when compared to the untreated sample using confocal laser scanning microscopy, which allows to distinguish which effects are predominant during the nitriding, the expansion of phases or sputtering. The results presented here suggest that, for the studied condition, there is a growth of phases over time, however unevenly between each phase of the studied steel.

Keywords: Plasma nitriding. SAF 2507. Confocal microscopy. Topographic evolution.

RESPONSIBILITY NOTICE

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