

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

EFEITO DA RE-NITRETAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE MATRIZES DE
EXTRUSÃO A QUENTE DE ALUMÍNIO, CONFECCIONADAS EM AÇOS
FERRAMENTA VEX E H13

Vinicius Cardoso Ottani

São Carlos - SP

2018

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EFEITO DA RE-NITRETAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE MATRIZES DE
EXTRUSÃO A QUENTE DE ALUMÍNIO CONFECCIONADAS EM AÇOS
FERRAMENTA VEX E H13**

Vinicius Cardoso Ottani

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais como requisito parcial
à obtenção do título de MESTRE EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Alberto Moreira Jorge Junior

São Carlos - SP
2018

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Júlio e Cristina e à minha irmã Marcela, pelo apoio incondicional que sempre me deram.

VITAE DO CANDIDATO

Engenheiro Mecânico pela Universidade Paulista (2015).

Físico pela Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (2010).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Vinicius Cardoso Ottani, realizada em 07/08/2018:

Prof. Dr. Alberto Moreira Jorge Junior
UFSCar

Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa
UFSCar

Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho
USP

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Ao meu orientador Prof. Dr. Alberto Moreira Jorge Junior pela dedicação, incentivo e paciência.

À Villares Metals S.A., por todo o suporte prestado durante este projeto e pelas oportunidades oferecidas no desenvolvimento tecnocientífico.

A todos os funcionários dos laboratórios da Villares Metals S.A., em especial, ao Edson Castilho pela confiança, ao Sérgio Luz pelo companheirismo e ao Ismael Politori pelos ensinamentos.

Ao Centro de Pesquisa e Desenvolvimento e ao José Carlos por todo suporte prestado.

Ao José Bacalhau pelos testes em campo e contribuição com as matrizes utilizadas neste trabalho.

Ao Victor Spósito e ao Centro de Serviços em Tratamentos Térmicos pelas nitretações e tratamentos térmicos.

Ao Raphael Ribeiro e à Cristiane Gonçalves, da Engenharia de Aplicação, pelo suporte prestado nos ensaios de dilatométrica.

Ao Felipe Bonon e a Sandvik pelos testes de usinabilidade.

Aos funcionários do PPGCEM e técnicos do LCE pela dedicação.

À Paula pela paciência e carinho.

RESUMO

A extrusão de alumínio é um processo de transformação termomecânica amplamente empregado em todo o mundo e o desempenho deste processo é fortemente dependente da qualidade do aço ferramenta empregado na confecção das matrizes. Neste contexto, o presente estudo buscou avaliar e comparar as propriedades mecânicas e microestruturais dos aços ferramenta para trabalho a quente AISI H13 e VEX, o efeito da re-nitretação na recuperação das matrizes e o desempenho dos ferramentais em testes de campo. As amostras foram nitretadas a gás e a plasma para efeito de comparação. O efeito da re-nitretação foi simulado ao realizar até onze ciclos de nitretação sequenciais nas amostras. As amostras foram caracterizadas por meio análise química, metalografia, difração de raios-X, MEV-EDS, ensaios de dureza, ensaios de impacto e teste de usinabilidade. As matrizes tubulares confeccionadas em ambos os materiais foram utilizadas na extrusão de perfis de liga de alumínio AA6060 para avaliação do desempenho. Os resultados mostraram que o aumento do número de re-nitretações influencia na concentração de nitrogênio na superfície, na espessura da camada branca e zona de difusão, no crescimento dos óxidos superficiais, na dureza da camada nitretada e dureza do substrato. Os perfis de tensão residual da camada nitretada e o efeito dos elementos de liga na temperabilidade de ambos os materiais também foram comparados. A simulação experimental do efeito da temperatura de trabalho nas matrizes justificou o desempenho superior do VEX em relação ao VH13. A maior resistência ao desgaste do VEX foi atribuída a maior resistência ao revenimento da camada nitretada e do substrato e da camada nitretada mais profunda após o mesmo número de ciclos de re-nitretações.

Palavras-chave: Nitretação; Aço ferramenta; Extrusão.

ABSTRACT

EFFECT OF RE-NITRIDING ON THE PROPERTIES OF HOT EXTRUSION DIES OF ALUMINUM MADE OF TOOL STEELS VEX AND H13

Aluminum extrusion is a thermomechanical process widely used throughout the world, and the performance of this process is strongly dependent on the quality of the tool steel used in the manufacture of the dies. In this context, the present study aimed to evaluate and compare the mechanical and microstructural properties of AISI H13 and VEX hot work tool steels, the effect of re-nitriding on die recovery and tooling performance in field tests. The samples were nitrided with gas and plasma for comparison purposes. The effect of re-nitriding was simulated by performing eleven consecutive nitriding cycles on the samples. The samples were characterized by chemical analysis, metallography, X-ray diffraction, SEM-EDS, hardness tests, impact tests and machinability tests. The tubular dies made of both materials were used in the extrusion of AA6060 aluminum alloy profiles for performance evaluation. The results showed that the increase in the number of nitriding cycles influences the surface nitrogen concentration, the white layer and the diffusion zone thickness, the surface oxides growth, the nitrided layer hardness and the substrate hardness. The residual stress profiles of the nitride layer and the effect of the alloying elements on the temperability of both materials were also compared. The experimental simulation of the effect of the working temperature on the dies proved the superior performance of VEX when compared to H13. The higher wear resistance of VEX was attributed to higher resistance to the tempering of the nitride layer and the substrate and depth of the nitride layer after the same number of nitriding cycles.

Keywords: Nitriding; Tool steel; Extrusion.

PUBLICAÇÕES

OTTANI, V. C.; JORGE, A.M.J. Effect of reinitriding on the properties of an aluminum alloyed hot work tool steel. PRIMER ENCUENTRO DE JÓVENES INVESTIGADORES EN CIENCIAS DE MATERIALES. Montevideú, Uruguai. 2018.

SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	3
2.1 Processo de extrusão	3
2.1.1 Extrusão a quente.....	4
2.1.2 Tipos de extrusão	4
2.1.3 Matrizes de extrusão.....	5
2.1.4 Tipo de prensas de extrusão	8
2.1.5 Condições de trabalho de matrizes de extrusão de alumínio	8
2.2 Aços ferramenta	14
2.2.1 Seleção dos aços ferramenta	14
2.2.2 Aços ferramenta para trabalho a quente.....	15
2.2.3 Efeito dos elementos de liga em aços para trabalho a quente	20
2.3 Nitretação	25
2.3.1 Nitretação a gás.....	29
2.3.2 Nitretação a plasma.....	29
2.3.3 Influência dos Elementos de liga na camada nitretada.....	30
2.3.4 Tensão residual na camada nitretada.....	34
3 MATERIAIS E MÉTODOS	39
3.1 Análise química	42
3.2 Tratamentos térmicos	42
3.3 Nitretação	44
3.4 Microscopia ótica.....	45

3.5	Microscopia eletrônica de varredura.....	48
3.6	Ensaio de dureza.....	48
3.7	Dilatometria.....	50
3.8	Ensaio de impacto.....	51
3.9	Difração de raios-X.....	52
3.10	Teste de usinabilidade.....	54
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	55
4.1	Caracterização da matéria prima.....	55
4.1.1	Análise química das ligas.....	55
4.1.2	Microestrutura.....	55
4.1.3	Microinclusões.....	61
4.1.4	Dureza Brinell.....	61
4.1.5	Resposta à têmpera.....	62
4.1.6	Ensaio de impacto.....	63
4.1.7	Dilatometria.....	64
4.1.8	Teste de usinabilidade.....	67
4.2	Amostras nitretadas.....	68
4.2.1	Múltiplas nitretações a gás.....	68
4.2.1.1	Metalografia.....	68
4.2.1.2	Perfil de microdureza e concentração de nitrogênio.....	71
4.2.1.3	Difração de raios-X.....	76
4.2.2	Nitretação a plasma.....	79
4.2.2.1	Metalografia e perfil de microdureza.....	79
4.2.2.2	Perfil de tensão residual.....	81
4.2.2.3	Resistência ao revenimento da camada nitretada.....	84
4.3	Matrizes de extrusão.....	92
4.3.1	Desempenho em campo.....	92
4.3.2	Caracterização.....	92
5	CONCLUSÕES.....	103
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	105
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	107

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 - Guia de re-nitretação típico para matrizes de extrusão.	10
Tabela 2.2 – Composição química teórica do AISI H13 e do VEX, (% em peso).	19
Tabela 2.3 – Fases de nitretos mais encontradas em aços para nitretação. ...	34
Tabela 2.4 – Distribuição da tensão residual nas fases ϵ e γ' da camada branca.	35
Tabela 2.5 – Relação da tensão residual com os elementos formadores de nitretos	35
Tabela 3.1 – Composição química da liga de alumínio 6060	41
Tabela 3.2 – Propriedades mecânicas da liga de alumínio 6060	41
Tabela 4.1 – Composição química (% em peso).....	55
Tabela 4.2 – Nível de microinclusões do VH13 conforme ASTM E45 método A	61
Tabela 4.3 – Nível de microinclusões do VEX conforme ASTM E45 método A61	
Tabela 4.4 – Tensão residual da superfície da camada nitretada com substrato recozido.....	83

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Ilustração do processo de extrusão direta.	4
Figura 2.2 – Ilustração do processo de extrusão indireta.	5
Figura 2.3 – Tipos de perfis extrudados. a) sólido. b) semi-tubular c) tubular.	5
Figura 2.4 – Esquema de uma matriz de perfil sólido	6
Figura 2.5 – Esquema de uma matriz de perfil tubular.	6
Figura 2.6 – Esquema de uma ferramenta para extrusão.	7
Figura 2.7 – Distribuição de temperatura em perfil tubular com velocidades de passagem de: (a) 4,2 mm/s e (b) 5,2 mm/s.	9
Figura 2.8 – Perfil transversal das matrizes tubulares, semi-tubulares e sólidas utilizadas no estudo.	11
Figura 2.9 – Falha catastrófica ocasionada por fadiga termomecânica.	12
Figura 2.10 – Superfície da matriz de extrusão. (a) camada com trinca. (b) elétrons secundários. (c-d) mapeamento EDS de Fe e Mg respectivamente. .	12
Figura 2.11 – (a) deslocamento da camada branca (b) vista da superfície de matriz (c) interior da cavidade.	13
Figura 2.12 – Deformação plástica e deslocamento do revestimento superficial.	13
Figura 2.13 – Relação entre tenacidade, resistência ao desgaste e resistência a quente para os aços ferramenta mais comuns.	15
Figura 2.14 – Exemplo de aplicações dos aços ferramenta para trabalho a quente, a) Matriz de extrusão de perfis de alumínio b) Matriz de forjamento. .	16
Figura 2.15 – Punção com desgaste e trinca submetido ao trabalho a quente.	17
Figura 2.16 – Classificação NADCA para aços ferramenta para trabalho a quente recozidos. 500x nital 5%.	18
Figura 2.17 – Classificação NADCA para aços ferramenta para trabalho a quente temperados e revenidos. 500x nital 5%.	19
Figura 2.18 - Efeito do molibdênio e do cromo na dureza martensítica máxima em aços com 0,35%C.	21
Figura 2.19 – Dureza dos carbonetos encontrados em aços ferramenta.	21

Figura 2.20 – Efeito do Mn, Cr e Mo no campo austenítico.	22
Figura 2.21 - Efeito dos elementos de liga na temperabilidade dos aços.	23
Figura 2.22 – Microscopia eletrônica de transmissão. Distribuição de carbonetos secundários após revenimento duplo a 625°C. (a) 0,05% Si; (b) 1,0%Si e (c) 2,0% Si.	24
Figura 2.23 – Resistência ao revenimento do VEX e VH13.	25
Figura 2.24 – Diagrama de equilíbrio Fe-N.	26
Figura 2.25 – Camada branca formada de fase ϵ e γ'	27
Figura 2.26 – Esquema das camadas oriundas do processo de nitretação. ...	27
Figura 2.27 – Efeito do tempo de nitretação na dureza e profundidade do aço JIS SACM 645.	28
Figura 2.28 – A) perda de massa em função do tempo de nitretação com dureza do substrato constante em 30 HRC. B) perda de massa em função das diferentes durezas dos substrato com tempo de nitretação constante de 48 horas.	28
Figura 2.29 – Esquema de dissociação da amônia na nitretação a gás.	29
Figura 2.30 – Colisão de íons na superfície catódica durante a nitretação a plasma.	30
Figura 2.31 - Simulação da concentração de nitrogênio para o Fe puro e ligas Fe-Cr, 550°C 10horas.	30
Figura 2.32 – Perfil de microdureza de amostras de AISI H13 e VEX nitretadas.	32
Figura 2.33 - Perfil de dureza para os aços AISI H11, H12 e D2 após nitretação à 525°C por períodos de 7, 24 e 48 horas.	33
Figura 2.34 – Aumento da tensão residual em função da concentração de elementos formadores de nitretos.	36
Figura 2.35 – Relação da temperatura com a tensão residual.	36
Figura 2.36 – Relação do tempo de nitretação com a tensão residual.	37
Figura 3.1 – Fluxograma do processo de caracterização.....	40
Figura 3.2 - Matrizes utilizadas neste estudo após o final de suas vidas úteis.	40
Figura 3.3 – Imagem dos equipamentos CS844 e ARL4460, respectivamente.	42
Figura 3.4 – Forno Rübzig para têmpera a vácuo.....	43

Figura 3.5 – Amostras de VEX e VH13 antes do tratamento térmico, respectivamente.	43
Figura 3.6 – Forno de nitretação a plasma do Centro de Serviços de Tratamentos Térmicos da Villares Metals S.A.	44
Figura 3.7 – Microscópio ótico Zeiss Observer.Z1m do Laboratório Metalográfico da Villares Metals.	46
Figura 3.8 – Níveis de microsegregação aceitáveis e reprovados de acordo com a NADCA.	47
Figura 3.9 – MEV JEOL-8230 do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals.	48
Figura 3.10 – Microdurômetro Zwick 3212 do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.	49
Figura 3.11 – Durômetros Brinell e Rockwell do Laboratório Metalográfico da Villares Metals S.A.	49
Figura 3.12 – Dilatômetro de alta precisão modelo DIL805A/D do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.	50
Figura 3.13 – Máquina de ensaios de impacto do Laboratório de Ensaios Mecânicos da Villares Metals S.A.	51
Figura 3.14 - Posição de retirada de corpos de provas para ensaio de impacto Charpy-V.	51
Figura 3.15 - Posição de retirada das amostras.....	52
Figura 3.16 – Difratorômetro Siemens D5005 do Laboratório de Caracterização Estrutural da UFScar.	53
Figura 3.17 - Difratorômetro Rigaku MSF-3M do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.	54
Figura 3.18 - Torno CNC MAZAK Integrex J-300 e ferramenta de corte utilizada.	54
Figura 4.1 – Microestruturas do VEX e VH13 Posição: Superfície, Meio Raio e Núcleo; Ataque: Nital 4%; Aumento: 50x.	57
Figura 4.2 – Microestruturas do VEX e VH13 Posição: Superfície, Meio Raio e Núcleo; Ataque: Nital 4%; Aumento: 500x.	58

Figura 4.3 – Microestruturas do VEX e VH13 com ataque químico para contrastes das regiões microsegregadas. Posição: Superfície, Meio Raio e Núcleo; Ataque: Nital 4%; Aumento: 50x.....	59
Figura 4.4 – Tamanho de grão obtido para o VEX e VH13 conforme NADCA. Ataque: Villela; Aumento: 100x.	60
Figura 4.5 – Dureza dos materiais recozidos.	62
Figura 4.6 – Dureza dos materiais após de têmpera em óleo.	62
Figura 4.7 – Resultado do ensaio de impacto da amostras temperadas e revenidas conforme NADCA.	63
Figura 4.8 –Software utilizado no dilatômetro DIL 805 ^a /D para geração das curvas TTT.	65
Figura 4.9 – Curva TRC do VH13.	66
Figura 4.10 – Curva TRC do VEX.	66
Figura 4.11 – Desempenho dos insertos no teste de usinabilidade.	67
Figura 4.12 – Cavacos removidos durante teste de usinabilidade.	68
Figura 4.13 – Amostras sequencialmente nitretadas a gás.....	69
Figura 4.14 – Formação de nitretos em contornos de grão das amostras submetidas a múltiplas nitreções.	70
Figura 4.15 – Perfil de microdureza e concentração de nitrogênio das amostras nitretadas sequencialmente.....	73
Figura 4.16 – Perfil de microdureza e concentração de nitrogênio das amostras nitretadas sequencialmente.....	74
Figura 4.17 – Concentração de nitrogênio nas camadas nitretadas (% em peso).	75
Figura 4.18 – Difratogramas das amostras de VH13 submetidas a 1, 3 e 11 ciclos de nitreção.....	77
Figura 4.19 – Difratogramas das amostras de VH13 submetidas a 1, 3 e 11 ciclos de nitreção.....	78
Figura 4.20 – Difratogramas das amostras nitretadas de VEX e VH13.....	79
Figura 4.21 – Camada nitretada a plasma VEX e VH13 200x.....	80
Figura 4.22 – Diferença no perfil de microdureza das amostras de VEX nitretadas a plasma e a gás.	80

Figura 4.23 – Diferença no perfil de microdureza das amostras de VH13 nitretadas a plasma e a gás.	81
Figura 4.24 – Perfis de tensões residuais compressivas para o VEX e VH13 nitretados a 520 °C e 480 °C.	82
Figura 4.25 – Relação entre o perfil de microdureza e o perfil de tensão residual para o VEX nitretado a 520 °C.	83
Figura 4.26 – Relação entre o perfil de microdureza e o perfil de concentração de nitrogênio para o VEX nitretado a 520 °C.	84
Figura 4.27 – Resistência ao revenimento da camada nitretada do VEX após 0, 3, 10 e 100 horas a 600°C.	85
Figura 4.28 - Resistência ao revenimento da camada nitretada do VH13 após 0, 3, 10 e 100 horas a 600°C.	86
Figura 4.29 - Dureza medida a 25µm da superfície em função do tempo a 600°C.	87
Figura 4.30 – Perfis de concentração de nitrogênio na camada nitretada do VEX em função do tempo de revenimento de 0, 3 e 100 horas.	88
Figura 4.31 – Efeito do revenimento a 600 °C por 100 horas na dureza do substrato das amostras nitretadas.	89
Figura 4.32 – Efeito do revenimento na camada nitretada (100x).	90
Figura 4.33 – Efeito do revenimento na camada nitretada (200x).	91
Figura 4.34 – Desempenho das matrizes de VEX e VH13.	92
Figura 4.35 - Comparativo do desgaste e trincas observadas nas matrizes de VEX e VH13 após o final da vida útil.	93
Figura 4.36 – Microscopia 3D do desgaste do mandril de VH13 em cores falsas.	94
Figura 4.37 – Microscopia 3D do desgaste do mandril de VH13.	95
Figura 4.38 – Região do perfil de desgaste avaliado.	95
Figura 4.39 – Perfil de desgaste do mandril de VH13.	96
Figura 4.40 – Ensaio de impacto em entalhe conforme VDGM82.	96
Figura 4.41 – Ensaio de impacto com entalhe dos corpos de prova retirados do núcleo das matrizes.	97
Figura 4.42 – Micrografias dos mandris de VEX e VH13.	98

Figura 4.43 - Efeito da temperatura de trabalho na zona de difusão das camadas nitretadas das matrizes usadas, formação de nitretos em contornos de grão e abaulamento das arestas.	99
Figura 4.44 – Perfil de microdureza das matrizes após o uso.....	99
Figura 4.45 – Tensão residual compressiva medida na superfície das ferramentas.	100
Figura 4.46 – Mosaico de micrografias da superfície das matrizes de VEX e VH13.	102

1 INTRODUÇÃO

Os aços ferramenta são considerados um grupo muito especial de ligas com propriedades excepcionais. Estas ligas são empregadas na confecção de ferramentas de corte e conformação de outros elementos metálicos ou não metálicos, em temperatura ambiente ou altas temperaturas. Os aços empregados em altas temperatura pertencem a um subgrupo chamado aços ferramenta para trabalho a quente. Esses aços são normalmente aplicados em forjamento, extrusão, fundição e outras ferramentas para trabalho a quente. [1,2]

A extrusão de alumínio é um processo de transformação termomecânica amplamente empregado em todo o mundo, e os desenvolvimentos de processos de extrusão, até a atualidade, só foram possíveis devido aos avanços realizados na construção mecânica das prensas, melhoria dos ferramentais e desenvolvimento de aços ferramenta para trabalho a quente. [3]

O aço ferramenta para trabalho a quente mais utilizado em aplicações de extrusão a quente de alumínio é o AISI H13, que possui em sua composição química uma quantidade de Cr em torno de 5%, em peso. Existe também no mercado um aço ferramenta, desenvolvido pela Villares Metals, especialmente para aplicações em matrizes de extrusão chamado VEX, uma sigla para "Villares Extrusão".

Os materiais empregados na confecção da ferramenta devem apresentar altos níveis de dureza, alto limite de escoamento, resistência à fluência, resistência à fadiga termomecânica, resistência a temperaturas elevadas, resistência ao desgaste e à corrosão. [1,2]

A vida útil das matrizes pode ser prolongada de diversas maneiras, das quais uma delas é o aumento de resistência ao desgaste por meio da nitretação. A nitretação é um tratamento termoquímico com o objetivo de aumentar a dureza superficial por meio da difusão de nitrogênio em aços. [4,5]

Durante a vida da ferramenta, à medida que a dureza superficial diminui com a exposição a altas temperaturas do processo, o desgaste se torna cada vez mais atuante. Dessa forma, os ferramentais devidamente monitorados

podem ser re-nitretados periodicamente por várias vezes antes que seja necessária a construção de uma nova matriz. [5,6]

Para a avaliação final dos custos de produtividade no processo de extrusão, deve-se levar em consideração o custo total do tarugo, a eficiência do processo e o custo da ferramenta. A eficiência do processo e o custo com ferramentas está diretamente relacionado com o desempenho do ferramental, que por sua vez está relacionado com a qualidade do aço ferramenta e tratamentos empregados. A extrusão de perfis tubulares e semi-tubulares tem menor produtividade e eficiência e os custos com ferramental são em média duas vezes mais alto que em matrizes sólidas. [7]

Neste trabalho, vamos mostrar um comparativo entre as propriedades mecânicas e microestruturais do VEX e do AISI H13 e correlacionar com o desempenho superior do VEX nos testes de campo em matrizes de extrusão. O efeito da re-nitretação também foi avaliado e correlacionado com o gradiente de concentração de nitrogênio na superfície, formação de fases, resistência ao revenimento da camada nitretada e desgaste dos materiais. O efeito da temperatura de trabalho na evolução microestrutural e queda de dureza foi simulado experimentalmente e comprovado pela análise dos ferramentais após a vida útil. Os perfis de tensão residual da camada nitretada e o efeito dos elementos de liga na temperabilidade de ambos os materiais também foram comparados.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Processo de extrusão

O alumínio possui uma excelente combinação de propriedades e por esse motivo é um dos materiais mais versáteis utilizados na engenharia e construções. A facilidade de fabricação de peças em alumínio permite a utilização de processos como fundição, laminação de chapas muito finas, estampagem, cunhagem, extrusão, forjamento e usinagem. Em volumes absolutos produzidos no Brasil, destaca-se a produção de chapas em primeiro lugar e perfis extrudados em sequência. [7]

A extrusão de alumínio é um processo de transformação termomecânica amplamente empregado em todo o mundo. O processo normalmente consiste em forçar a passagem de um tarugo a quente por uma matriz. Ao passar pela ferramenta, o material extrudado adquire perfil transversal similar ao formato do canal da matriz. Esses perfis transversais podem ser extrudados em uma variedade de geometrias complexas. [1,7]

A prensa hidráulica de extrusão foi inventada por S. Bramah em 1797 para o processamento de chumbo. No final do século XIX, um grande avanço tecnológico ocorreu quando Alexander Dick conseguiu desenvolver processos capazes de extrudar horizontalmente ligas com ponto de fusão mais altos. Muitas das ideias do talentoso inventor Alexander Dick só foram possíveis de serem realizadas quando os requisitos tecnológicos e mecânicos se tornaram disponíveis. Entre as invenções se destaca a matriz tubular com câmara de soldagem, muito utilizada na produção de tubos de alumínio e perfis com cavidades. Em 1920, Thomas Burn construiu a primeira prensa hidráulica para produção de tubos de chumbo. [3]

Somente em 1917 o aço foi extrudado pela primeira vez. A grande evolução em termos de produção na extrusão de alumínio ocorreu durante a II guerra mundial. Nesse período houve uma grande demanda para a fabricação de componentes aeronáuticos. [3]

Os desenvolvimentos de processos de extrusão, até a atualidade, só foram possíveis devido aos avanços realizados na construção mecânica das

prensas, melhoria dos ferramentais e desenvolvimento de aços ferramenta para trabalho a quente. [3]

2.1.1 Extrusão a quente

Com o objetivo de aumentar a plasticidade de materiais que exigem elevadas pressões de trabalho à temperatura ambiente durante a extrusão, em alguns casos realiza-se a extrusão a quente, como no caso do alumínio por exemplo. [3,7]

Todas as ligas de alumínio podem ser extrudadas para diversos tipos de aplicações. Ao contrário das chapas de alumínio que podem ser trabalhadas a frio para aumentar a resistência mecânica por encruamento, as ligas utilizadas em extrusão para obtenção de perfis complexos, como por exemplo as famílias AlMgSi, AlCuMg, AlZnMg e AlZnMgCu, são envelhecíveis por precipitação. [3,6,7]

2.1.2 Tipos de extrusão

Dentre os processos de extrusão, os mais utilizados são os tipos direto e indireto. O processo de extrusão direta é o mais utilizado em processos industriais devido a simplicidade do equipamento, principalmente para ligas de alumínio, conforme esquema apresentado na Figura 2.1. Este processo consiste em empurrar o tarugo em direção à matriz pela ação de um êmbolo. [3,7]

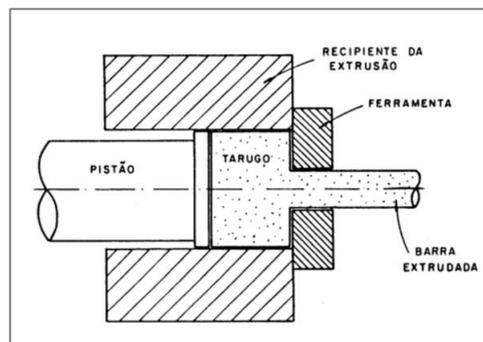


Figura 2.1 - Ilustração do processo de extrusão direta. [8]

Na extrusão indireta, ou inversa, o êmbolo e a matriz são mantidos estacionários, e o recipiente e o tarugo são movimentados. Como resultado, no processo do tipo indireto as forças de atrito envolvidas são menores por não haver movimento entre o tarugo e o recipiente, conseqüentemente as forças requeridas para extrusão também serão menores do que na extrusão direta, conforme Figura 2.2. [3,7]

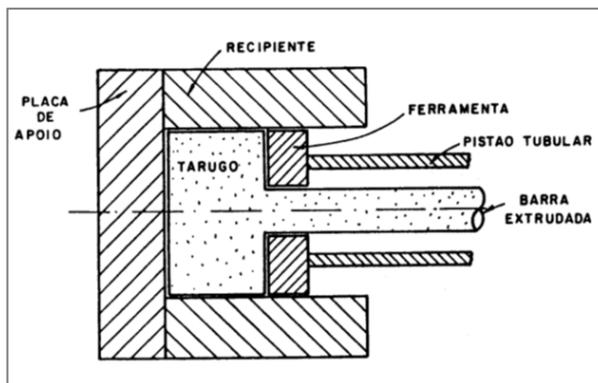


Figura 2.2 - Ilustração do processo de extrusão indireta. [8]

2.1.3 Matrizes de extrusão

Os perfis de alumínio extrudados podem ser classificados entre sólidos, tubulares ou semi-tubulares, os exemplos dos três tipos de perfis são apresentados na Figura 2.3.

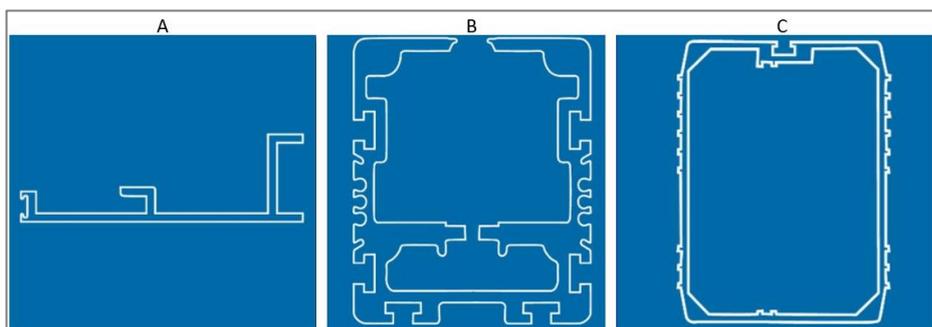


Figura 2.3 - Tipos de perfis extrudados. a) sólido. b) semi-tubular c) tubular. [6]

As matrizes sólidas produzem perfis de seções transversais que não contenham nenhum vazio circunscrito por metal e podem ser aplicadas para qualquer material que seja extrudável, apresentado na Figura 2.4.

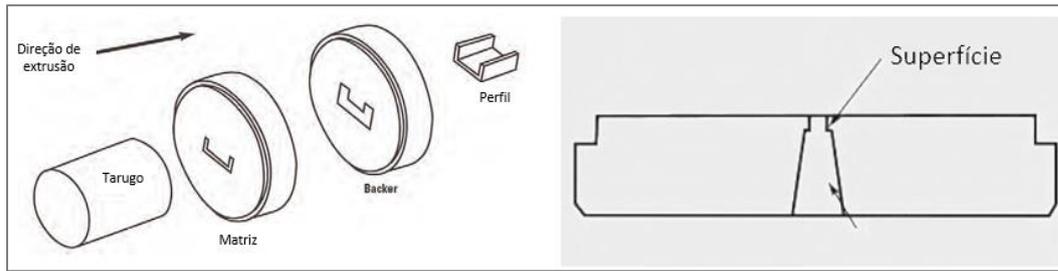


Figura 2.4 – Esquema de uma matriz de perfil sólido. [6]

As matrizes tubulares produzem perfis cuja seção transversal tem pelo menos um vazio totalmente circunscrito por metal. Estas matrizes devem apresentar um ferramental que contenha uma câmara de soldagem. A câmara de soldagem é uma região da ferramenta onde ocorre a solda necessária para produzir o perfil tubular, apresentado na Figura 2.5. [6, 7].

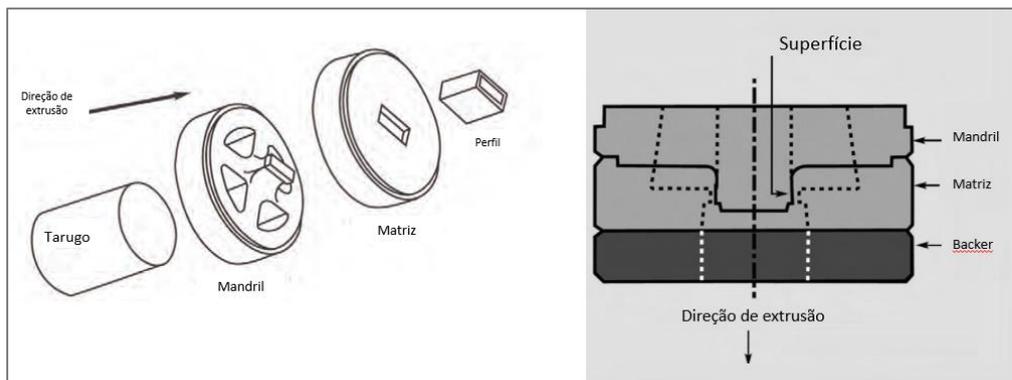


Figura 2.4 - Esquema de uma matriz de perfil tubular. [6]

Uma matriz para a produção de perfis de alumínio deve atender os seguintes requisitos: [1,2]

- Dimensões precisas do ferramental e produto extrudado, a fim de se evitar trabalhos corretivos.
- Vida útil máxima possível em trabalho.
- Comprimento máximo possível do perfil extrudado.
- Boa qualidade superficial do material extrudado.
- Altas velocidades de extrusão.
- Baixo custo de manufatura.

Os requisitos acima são geralmente preenchidos para perfis considerados simples. Porém conforme a complexidade da seção transversal do perfil extrudado aumenta, a complexidade de construção do ferramental também aumenta. Conseqüentemente, o cumprimento de todos os seis requisitos listados se torna cada vez mais difícil. Muitos fatores devem ser levados em consideração no desenho industrial e na confecção das matrizes, como por exemplo, o modelo de fluxo, máxima tensão especificada, geometria da seção transversal, espessura das paredes, formato da superfície de deslizamento e tolerâncias. O esquema de uma ferramenta de extrusão montada é detalhado na Figura 2.6. [3,9]

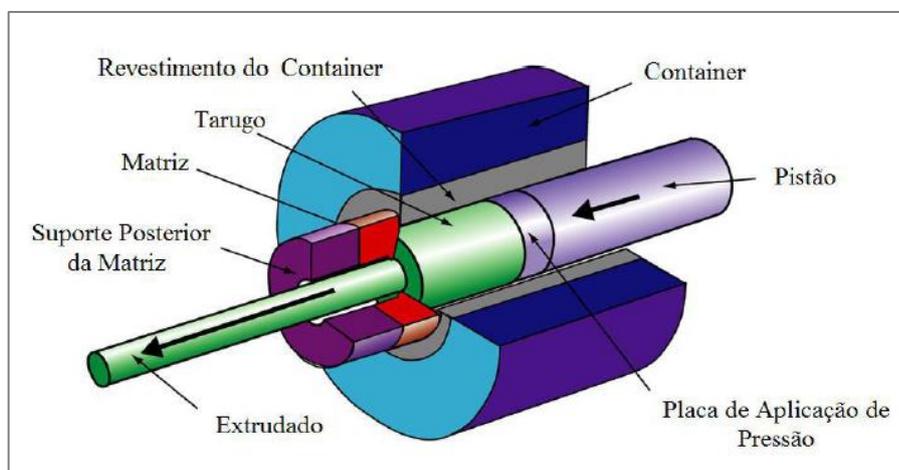


Figura 2.5 – Esquema de uma ferramenta para extrusão. [9]

A matriz de extrusão deve ser projetada com precisão com base em características como geometria do perfil extrudado, propriedades dos materiais envolvidos e parâmetros de processo que serão empregados. [3,10] A simulação por meio de softwares dedicados é uma excelente ferramenta no desenvolvimento de projetos de alta performance. [11]

2.1.4 Tipo de prensas de extrusão

O desenvolvimento das prensas de extrusão representa um capítulo interessante na história da conformação dos metais. Estes equipamentos podem ser divididos entre mecânicos e hidráulicos. [3,10]

As prensas hidráulicas são preferíveis para extrusão a quente, como no caso do alumínio, e são equipamentos de alta produtividade que minimizam defeitos. A classificação das prensas hidráulicas é dividida entre prensas horizontais e prensas verticais. [3]

2.1.5 Condições de trabalho de matrizes de extrusão de alumínio

As matrizes de extrusão de alumínio são submetidas a altas tensões e temperaturas quando o tarugo de alumínio é forçado a passar pelos canais da ferramenta. O tarugo pode atingir temperaturas entre 450 °C e 500 °C e velocidades de saída da peça entre 5 m/s e 50 m/s.[11]

Conforme a simulação apresentada na Figura 2.7, devido à grande deformação do material e ao atrito gerado com as paredes da matriz, as temperaturas na superfície do canal da ferramenta podem atingir 600 °C e tensões superiores a 900 MPa. [11]

A vida útil da matriz é determinada pelas tolerâncias dimensionais da seção transversal do produto extrudado e da qualidade superficial. As propriedades mecânicas e a qualidade superficial são dependentes da geometria da matriz, temperatura do tarugo e velocidade de extrusão. Conseqüentemente, os materiais empregados na confecção da ferramenta devem apresentar altos níveis de dureza, alto limite de escoamento, resistência à fluência, resistência à fadiga termomecânica, resistência a temperaturas elevadas, resistência ao desgaste e à corrosão. [4,5]

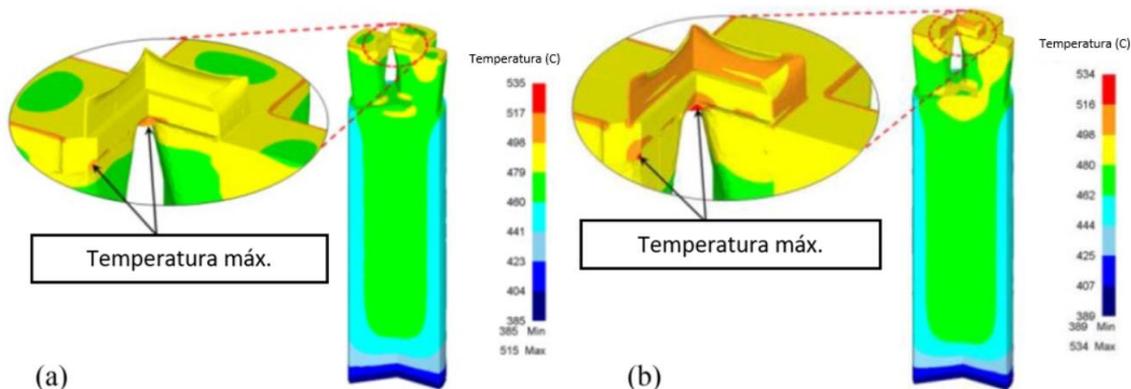


Figura 2.6 – Distribuição de temperatura em perfil tubular com velocidades de passagem de: (a) 4,2 mm/s e (b) 5,2 mm/s. [11]

A vida útil das matrizes pode ser prolongada de diversas maneiras, das quais uma delas é o aumento de resistência ao desgaste. O aumento da resistência ao desgaste é normalmente atingido por meio de tratamentos superficiais da ferramenta. O tratamento termoquímico mais utilizado é a nitretação a gás devido à simplicidade e custo do processo. Podem ser aplicados também revestimentos PVD, CVD ou duplex, porém na maior parte das vezes as matrizes apresentam canais muito estreitos que inviabilizam a aplicação deste tipo de tratamento. [4,5]

Durante a vida da ferramenta, à medida que a dureza superficial diminui com a exposição a altas temperaturas do processo, o desgaste se torna cada vez mais atuante. Dessa forma, os ferramentais devidamente monitorados podem ser re-nitretados periodicamente por várias vezes antes que seja necessária a construção de uma nova matriz. A tabela 2.1 é um guia para re-nitretações típicas de uma matriz de extrusão de alumínio, porém a vida útil da matriz pode variar dependendo da liga extrudada, tolerâncias e qualidade superficial requerida. [5,6]

Tabela 2.1 - Guia de re-nitretação típico para matrizes de extrusão. [6]

Espessura (pol)	Perfis Produzidos (lbs)	Tipo de matriz	Perfis produzidos antes da deterioração de matrizes sem nitretação (lbs)	Perfis produzidos antes da deterioração de matrizes com nitretação (lbs)
0.040 – 0.060	42.000	tubular	2.500	6.500
0.040 – 0.060	74.000	sólida	4.000	7.000
0.061 – 0.080	88.000	tubular	3.500	9.500
0.061 – 0.080	97.000	sólida	5.000	10.500
0.081 – 0.100	93.000	tubular	4.500	11.000
0.081 – 0.100	109.000	sólida	6.000	13.000
0.101 – 0.130	114.000	tubular	5.500	12.500
0.101 – 0.130	151.000	sólida	7.500	14.500
0.131 – 0.170	142.000	tubular	6.500	14.000
0.131 – 0.170	183.000	sólida	9.000	16.000
0.171 – 0.220	161.000	tubular	7.000	15.000
0.171 – 0.220	344.000	sólida	9.000	17.500

O desempenho das matrizes está diretamente relacionado com a produtividade, custo e qualidade dos perfis extrudados. Muitas vezes as matrizes usadas devem ser descartadas e substituídas por novas para a viabilidade de produção dos perfis. A região mais crítica de todos os tipos de matrizes é a superfície em contato com o alumínio que garante a qualidade da superfície do perfil extrudado, as dimensões e a velocidade de processo. [5,6,12]

Um estudo realizado por Arif (2003) caracterizou 616 matrizes de extrusão. O perfil das matrizes estudadas é mostrado na Figura 2.8. Este estudo mostrou que matrizes tubulares de perfis considerados simples, o principal mecanismo de falha atuante foi o desgaste seguido pela deflexão do perfil extrudado oriunda da deformação plástica. Para matrizes sólidas de perfis com

muitas cavidades, considerados complexos, o mecanismo de falha atuante foi a fadiga termomecânica. As matrizes semi-sólidas, apresentaram ambos os modos de falha. [12]

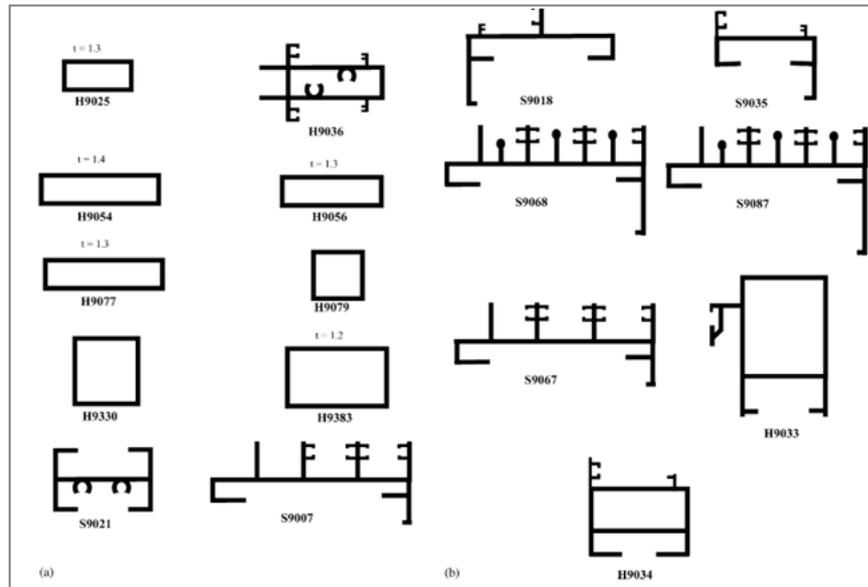


Figura 2.7 – Perfil transversal das matrizes tubulares, semi-tubulares e sólidas utilizadas no estudo. [12]

Gasem (2013) investigou o mecanismo de falha de um mandril confeccionado em H13 e exposto a 17 ciclos de nitretação gasosa e sugeriu que o surgimento de microtrincas pode estar relacionado com a fragilização da superfície e com aumento da profundidade da camada nitretada devido às nitretações consecutivas. A análise de falha concluiu que o mecanismo atuante foi a fadiga termomecânica e que a qualidade do material utilizado na confecção da matriz não foi o responsável pelo fim da vida útil do componente. A Figura 2.9 mostra a matriz estudada após o final da vida útil. [13]



Figura 2.8 – Falha catastrófica ocasionada por fadiga termomecânica. [13]

Alguns estudos realizados por Björk (1999) simularam o desgaste do material em condições de extrusão. Em um dos casos, o corpo de prova produzido em AISI H13 e nitretado em banho de sal foi sujeito ao deslizamento de modo a simular a liga de alumínio AA6063 em contato com a parede da matriz de extrusão. Foi observado que o alumínio em contato com a matriz adere na superfície de deslizamento de modo a formar um filme estável. Este filme ocorre devido à interação química entre o alumínio e o aço ferramenta, principalmente quando o processo é interrompido entre 5 a 15 segundos para a troca de tarugos. Neste momento o mecanismo de difusão se torna atuante devido ao longo contato entre alumínio quente e a superfície da matriz. A Figura 2.10 mostra a formação e o posterior arrancamento da camada de compostos intermetálicos do tipo Fe-Mg-Al-O. [5,14]

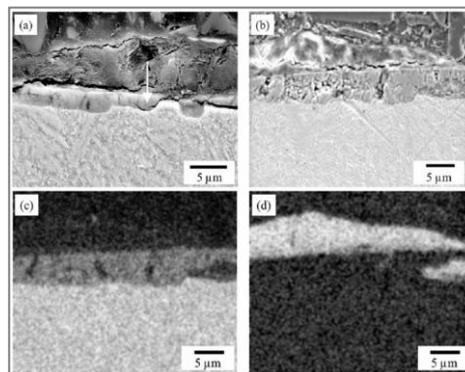


Figura 2.9 – Superfície da matriz de extrusão. (a) camada com trinca. (b) elétrons secundários. (c-d) mapeamento EDS de Fe e Mg respectivamente. [14]

Tipicamente, o desgaste das ferramentas nitretadas resulta na formação de crateras entre 20 e 100 μm de profundidade devido à alta fricção e tensões cisalhantes na superfície de deslizamento, apresentado na Figura 2.11. Os primeiros estágios de desgaste observados nas simulações é o surgimento das crateras e pequenos deslocamentos da camada branca que geram sulcos na ferramenta. Quando toda a camada nitretada é desgastada a interação química se torna o principal mecanismo de desgaste, provando que a alta dureza e estabilidade química são as principais propriedades para a resistência ao desgaste. [5,14]

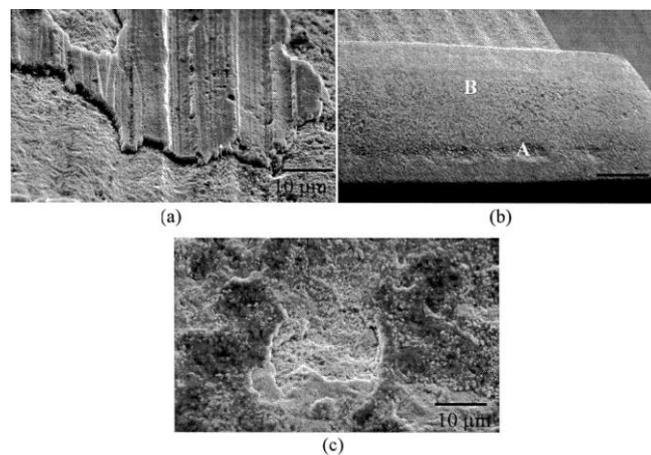


Figura 2.10 – (a) deslocamento da camada branca (b) vista da superfície de matriz (c) interior da cavidade. [14]

Conforme apresentado na Figuras 2.12, Bjork (2001) também demonstrou que revestimentos superficiais do tipo duplex aumentam a vida útil da ferramenta significativamente. Porém revestimentos superficiais também sofrem a ação de desgaste, principalmente quando deformações plásticas no substrato causam o deslocamento do revestimento extremamente duro. [5,14]

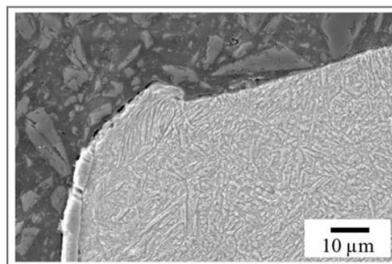


Figura 2.11 – Deformação plástica e deslocamento do revestimento superficial. [14]

2.2 Aços ferramenta

Aços ferramenta são ligas especiais de alta qualidade utilizadas para a fabricação de ferramentas, matrizes e moldes. Essas ferramentas são empregadas em processos de conformação, corte e moldagem de aços, metais não ferrosos e plásticos. As aplicações dos aços ferramentas podem envolver alta resistência ao desgaste, resistência mecânica, tenacidade e outras propriedades. [1,2]

Esses materiais são classificados por grupos e classes específicas de acordo com a composição química e aplicação. Os grupos são classificados pelo sistema desenvolvido pela “American Iron Steel Institute” (AISI), conforme Tabela 2.2, porém existem classificações independentes adotadas por países como Alemanha, Japão, Reino Unido e Suécia. [1,2]

Tabela 2.2 – Classificação AISI para aços ferramenta.

Grupo	Símbolo
Aços temperáveis em água	W
Aços resistentes ao choque	S
Aços temperáveis em óleo	O
Aços temperáveis ao ar, média liga	A
Aços alto carbono, alto cromo	D
Aços para moldes	P
Aços para trabalho a quente	H
Aços rápidos ao tungstênio	T
Aços rápidos ao molibdênio	M

2.2.1 Seleção dos aços ferramenta

Existem muitos tipos de aços ferramenta com diferentes composições químicas e propriedades. A seleção de um único aço ferramenta para uma operação específica deve estar baseada na performance do material empregado

e nas limitações associadas à manufatura da ferramenta. Por fim, baseado nessas duas condições, a escolha do aço ferramenta adequado para a aplicação é o custo final por peça produzida pela ferramenta. [1,2]

Os principais fatores de seleção em relação ao desempenho de um aço ferramenta são resistência ao desgaste, tenacidade e resistência a quente. A combinação destes fatores determina a aplicabilidade dos materiais. A Figura 2.13 mostra que conforme a tenacidade aumenta a resistência ao desgaste diminui. A relação tenacidade e resistência a quente não é facilmente visualizada. [1,2]

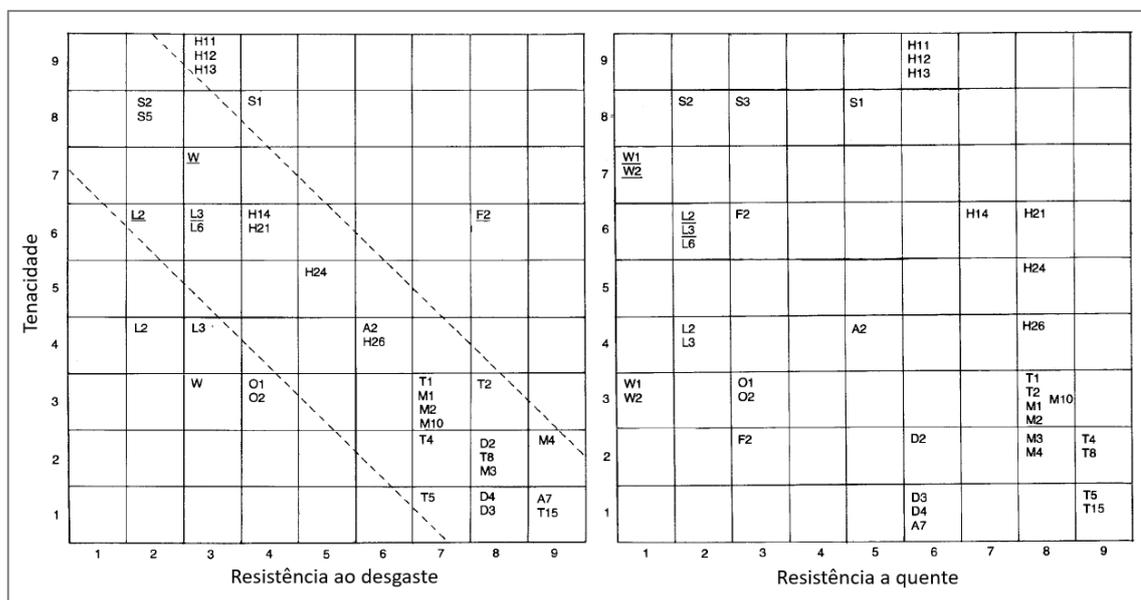


Figura 2.12 – Relação entre tenacidade, resistência ao desgaste e resistência a quente para os aços ferramenta mais comuns. [1]

2.2.2 Aços ferramenta para trabalho a quente

Os Aços ferramenta da série H, de acordo com a classificação AISI, são aços para trabalho a quente com propriedades que permitem resistir a sua utilização por longos ou repetidos ciclos em altas temperaturas. A classe H é dividida em 3 grupos: Aços para trabalho a quente ao Cromo; Aços para trabalho a quente ao Tungstênio e Aços para trabalho a quente ao molibdênio. Esses

aços são normalmente aplicados em forjamento, extrusão, fundição e outras ferramentas para trabalho a quente, conforme exemplos da Figura 2.14. [1,2]

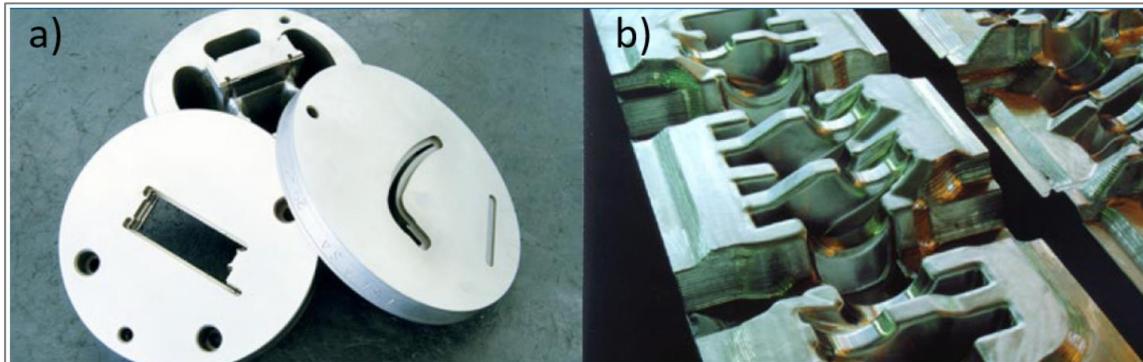


Figura 2.13 – Exemplo de aplicações dos aços ferramenta para trabalho a quente, a) Matriz de extrusão de perfis de alumínio b) Matriz de forjamento. [15]

Os aços ferramenta para trabalho a quente devem apresentar as seguintes características [1,2]:

- Resistência a deformação a altas temperaturas - diferentemente dos outros aços ferramenta que perdem dureza a altas temperaturas, os materiais da série H devem ter alta resistência ao revenido para não perder a dureza durante o trabalho.
- Tenacidade – esta propriedade é importante para manter a resistência ao choque térmico e mecânico e não causar falhas catastróficas nas ferramentas.
- Resistência ao desgaste a altas temperaturas – esta característica é importante para manter a vida útil da ferramenta e a produção de peças com qualidade. A Figura 2.15 mostra um exemplo de desgaste e trincas ocasionados em um punção submetido a altas temperaturas de trabalho.
- Estabilidade dimensional após tratamentos térmicos – após a têmpera os materiais tendem a ter variações dimensionais devido às transformações de fase envolvidas. Portanto as variações dimensionais devem ser minimizadas.
- Boa usinabilidade – o recozimento deve ser adequado para proporcionar uma baixa dureza que permita a fácil usinagem dos componentes.

- Resistência a fadiga termomecânica – Ciclos térmicos causam tensões de tração e compressão repetitivos e geram trincas na superfície das matrizes.

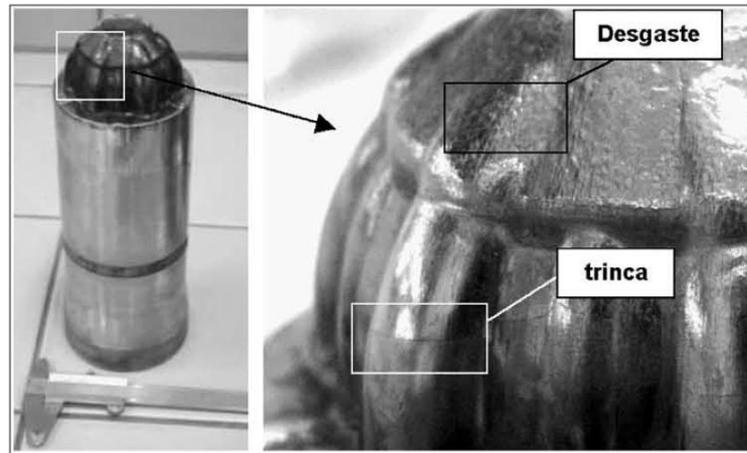


Figura 2.14 – Punção com desgaste e trinca submetido ao trabalho a quente.

[2]

Um acordo firmado pelos membros da NADCA (2016), “North American Die Casting Association”, estabeleceu especificações restritivas, critérios de aceitação e planos de homologações para atestar a qualidade dos aços ferramenta para trabalho a quente e seus tratamentos térmicos. As especificações definem baixos níveis de microinclusões, microsegregação, macrosegregação e alta tenacidade ao impacto. Estas propriedades se traduzem em alto desempenho na aplicação final dos materiais após resposta homogênea dos tratamentos térmicos. As microestruturas aceitáveis pelas especificações são apresentadas nas Figuras 2.16 e 2.17. [16]

As microestruturas de AS1 a AS9, mostram padrões aceitáveis que foram recozidos adequadamente. Os números de 1 a 9 não classificam as microestruturas pela melhor qualidade, ou seja, a classificação é binária entre microestruturas aceitáveis e reprovadas. Os números de AS10 a AS16 indicam microestruturas consideradas reprovadas. Os materiais com microestrutura recozida reprovada, mesmo com o ciclo correto de têmpera e revenimento, não atingirão as propriedades mecânicas desejadas. [16]

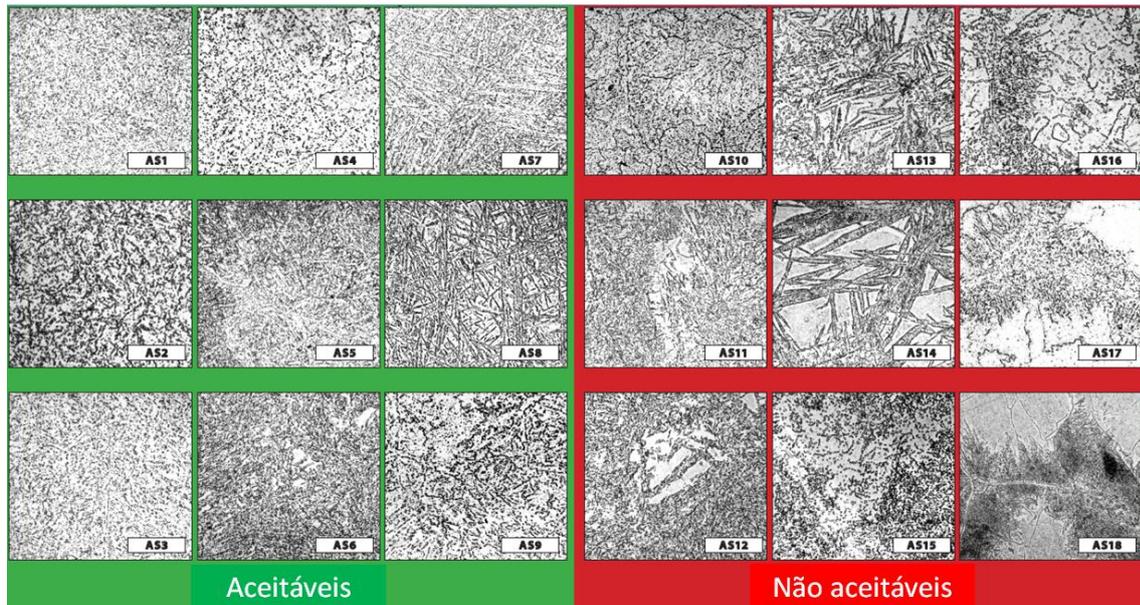


Figura 2.15 – Classificação NADCA para aços ferramenta para trabalho a quente recozidos. 500x nital 5%. [16]

Os padrões de HS1 a HS9 também mostram microestruturas temperadas e revenidas aceitáveis. Os padrões HS10, HS11 e HS12 indicam a presença de perlita nas regiões mais escuras e carbonetos precipitados em contornos de grão devido ao resfriamento lento após austenitização. Os padrões HS13, HS14 e HS15 indicam que a microestrutura recozida estava inadequada antes da têmpera. A imagem HS16 mostra 3 camadas da superfície de um aço tratado ao ar com oxidação intergranular e decarbonetação. A microestrutura observada em HS17 indica baixa temperatura de austenitização e em HS18 alta temperatura de austenitização pela granulação grosseira. [16]

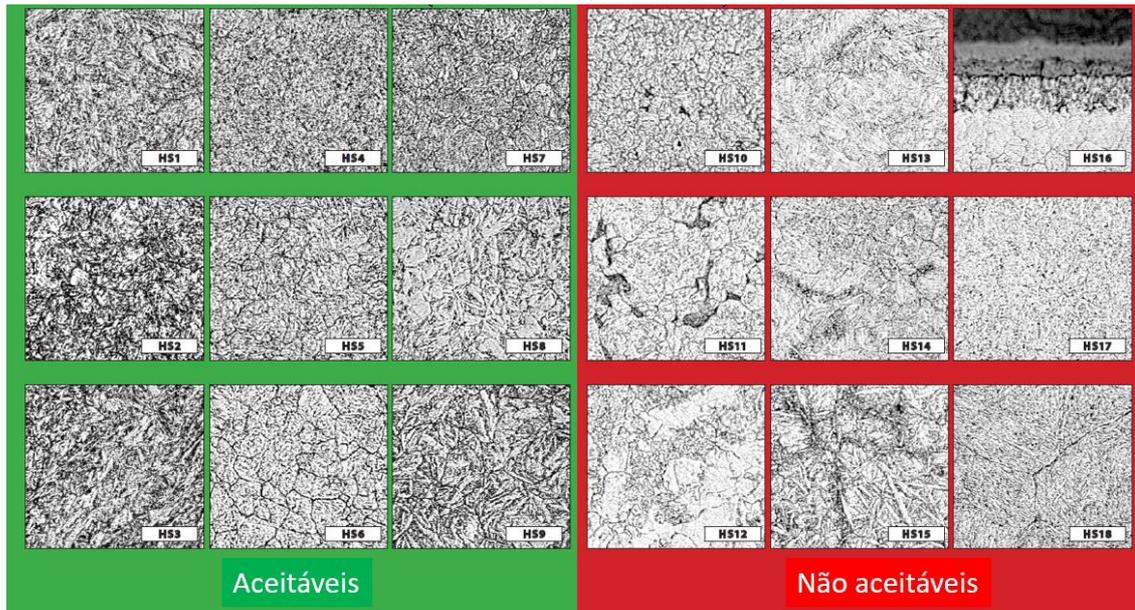


Figura 2.16 – Classificação NADCA para aços ferramenta para trabalho a quente temperados e revenidos. 500x nital 5%. [16]

O aço ferramenta para trabalho a quente mais utilizado para aplicações de forjamento, extrusão a quente e injeção de alumínio é o AISI H13. O AISI H13 possui uma quantidade de Cr em torno de 5% e outros elementos de liga como silício, vanádio e molibdênio. [17]

Existe também no mercado um aço ferramenta desenvolvido pela Villares Metals especialmente para aplicações em matrizes de extrusão chamado VEX, uma sigla para “Villares Extrusão”. As composições químicas teóricas de ambos os aços ferramentas são apresentadas na Tabela 2.3. [17]

Tabela 2.2 – Composição química teórica do AISI H13 e do VEX, (% em peso). [17]

Liga	AISI	DIN WNr	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Al
VH13	H13	1.2344	0,39	0,9	0,3	5,1	1,2	0,8	0,03
VEX	-	-	0,51	0,3	0,3	3,7	0,6	0,4	0,56

2.2.3 Efeito dos elementos de liga em aços para trabalho a quente

O efeito dos elementos de liga nos aços especiais é bastante complexo, pois envolve alterações nas fases e constituintes em equilíbrio, velocidade e maneira que estas fases se formam e características dessas fases. [18]

O carbono é um elemento de alto teor nos aços ferramenta. O objetivo da adição de carbono é aumentar a dureza e resistência mecânica pela formação da martensita e vários tipos de carbonetos. [18]

O manganês é um elemento estabilizador da austenita com afinidade moderada para formação de carbonetos. O aumento no teor de manganês diminui a temperatura de transformação A_3 e aumenta A_{cm} . Este elemento aumenta a capacidade de endurecimento de forma econômica. [18,19]

O cromo é um elemento estabilizador da ferrita e um forte formador de carbonetos dos tipos M_7C_3 , ortorrômbico, e $M_{23}C_6$, cúbico complexo. O endurecimento secundário em aços ligados ao cromo, só ocorre para teores superiores a 9% em peso devido a precipitação de Cr_7C_3 . A adição conjunta de vanádio favorece o endurecimento secundário pela formação de Cr_7C_3 , em oposição a formação de $Cr_{23}C_6$. O Cr também atua no aumento da resistência a corrosão. [18]

O molibdênio e tungstênio, assim como o Cr, são fortes formadores de carbonetos, porém dos tipos M_2C e M_6C . O endurecimento secundário, para uma mesma concentração atômica, é mais eficiente pela precipitação de carbonetos de Mo que de W. O Mo e W também são elementos estabilizadores da ferrita. [18]

A adição de até 5% de Cr e Mo aumenta consideravelmente a dureza da martensita, conforme mostrado na Figura 2.18. A temperabilidade dos aços é fortemente influenciada pela adição destes elementos. [20-22]

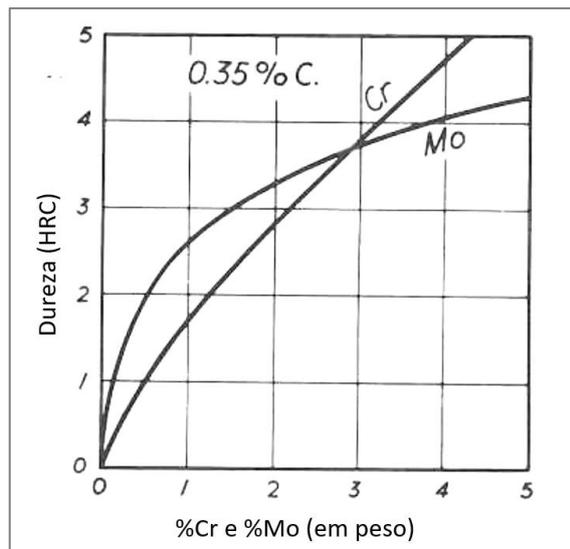


Figura 2.17 - Efeito do molibdênio e do cromo na dureza martensítica máxima em aços com 0,35%C. [20]

O vanádio e o nióbio formam carbonetos extremamente estáveis do tipo MC, cúbicos de face centrada. Adições acima de 0,1 % em peso provocam a precipitação de carbonetos nanométricos na ferrita entre 550 °C e 600 °C, com grande resistência ao coalescimento até 700 °C. Os carbonetos mais resistentes à temperatura e com maior dureza são os do tipo MC, seguidos por M_2C , M_7C_3 , M_6C , $M_{23}C_6$ e Fe_3C , em ordem decrescente, mostrado na Figura 2.19. Em relação ao MC, o NbC é mais estável que o VC e a dureza do VC pode atingir 2520 HV. Desse modo, elementos formadores de MC são de grande importância no desenvolvimento de aços para trabalho a quente. [2,18,23]

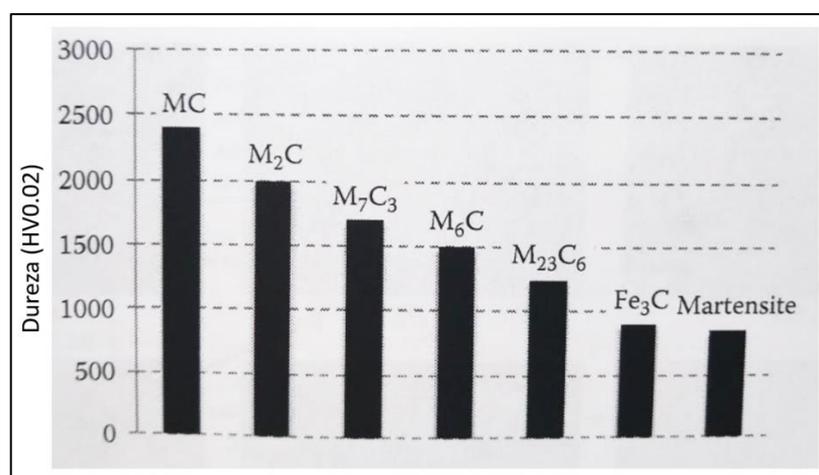


Figura 2.18 – Dureza dos carbonetos encontrados em aços ferramenta. [2]

O efeito do teor de Mn, Cr, e Mo no tamanho do campo austenítico pode ser observado na Figura 2.20.

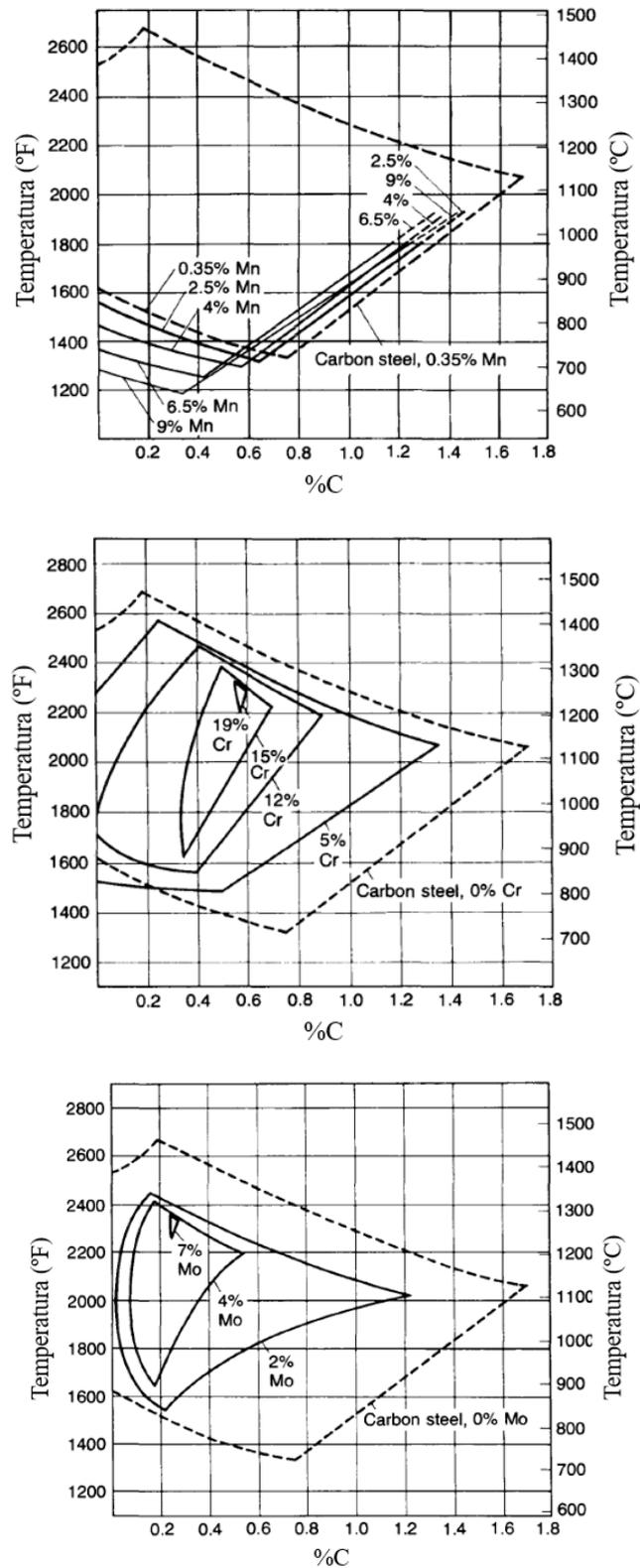


Figura 2.19 – Efeito do Mn, Cr e Mo no campo austenítico. [20]

O efeito dos elementos de liga na temperabilidade dos aços pode ser observado na Figura 2.21. O carbono é o principal elemento utilizado no aumento de temperabilidade, mas seu aumento pode implicar na perda de tenacidade. O Cr, Mn e Mo também têm influência no aumento da temperabilidade. [18]

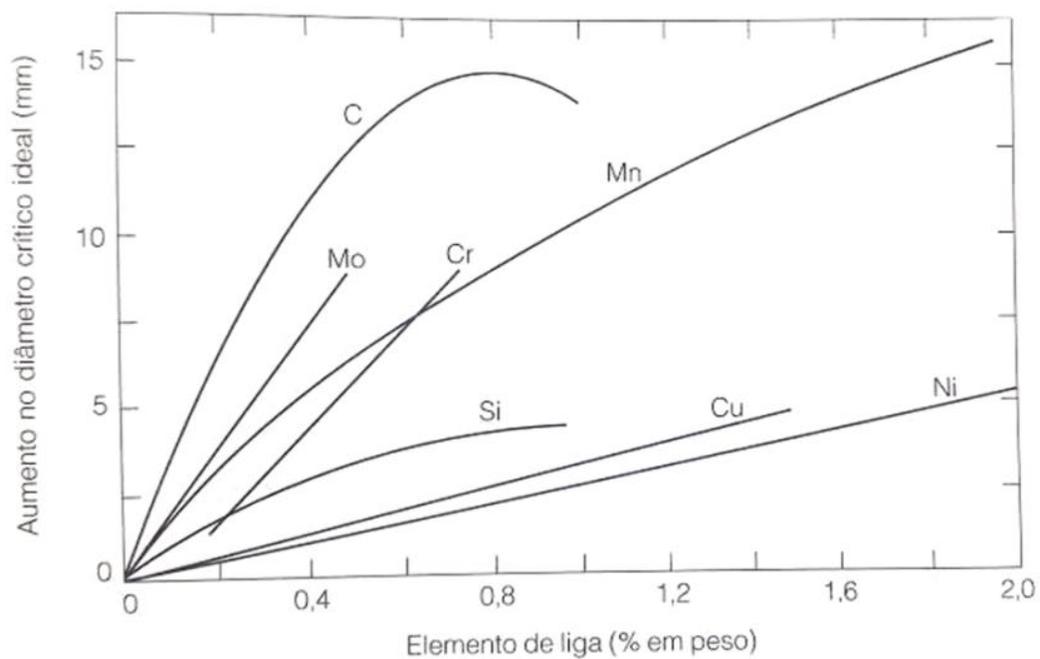


Figura 2.20 - Efeito dos elementos de liga na temperabilidade dos aços. [21]

A temperatura de transformação martensítica também é alterada com os elementos em solução sólida na austenita, com exceção do cobalto e do alumínio. O efeito gerado pela adição de carbono é muito maior que qualquer outro elemento de liga. A equação de Andrews, uma relação empírica do teor de elementos de liga com a temperatura inicial de transformação martensítica (M_i), é apresentada a seguir. [18]

$$M_i = 539 - 423(\% C) - 30,4(\% Mn) - 17,7(\% Ni) - 12,1(\% Cr) - 7,5(\% Mo)$$

Eq. 2.1

Estudos relataram que a redução do teor de silício aumenta significativamente a tenacidade dos aços ferramenta para trabalho a quente após o revenimento em alta temperatura. No caso do AISI H11 a redução do teor de silício promoveu uma diminuição do pico secundário de dureza, porém a tenacidade foi 70% maior para revenimentos acima de 600°C. Mesquita e

Kestenbach (2012) demonstraram que o silício influencia na cinética de precipitação dos carbonetos. Conforme apresentado na Figura 2.22, altos teores de silício favorecem a formação de carbonetos do tipo M_2C ricos em molibdênio, enquanto baixos teores de silício favorecem a formação de carbonetos mais finos e melhores distribuídos do tipo M_3C ricos em ferro e cromo. [24,25]

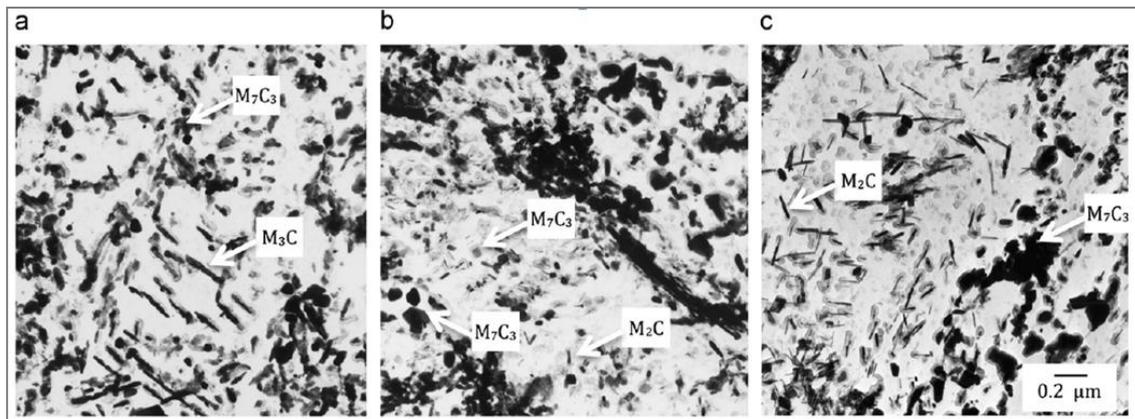


Figura 2.21 – Microscopia eletrônica de transmissão. Distribuição de carbonetos secundários após revenimento duplo a 625°C. (a) 0,05% Si; (b) 1,0%Si e (c) 2,0% Si. [24]

Outra propriedade importante dos materiais utilizados nas matrizes de extrusão é a resistência ao revenimento. O balanceamento dos elementos de liga como cromo, molibdênio, vanádio e silício está diretamente relacionado com a resistência ao revenido. Durante o revenimento ocorre o endurecimento secundário devido à precipitação de carbonetos finos que ajudam a reter a dureza em temperaturas elevadas. Conforme avaliado, o vanádio e o molibdênio contribuem para a formação de carbonetos do tipo MC e M_2C , respectivamente. Os carbonetos MC e M_2C , por serem mais estáveis a altas temperaturas e favorecem a resistência ao revenido. O cromo atua na formação de carbonetos secundários tipo M_7C_3 , que possuem molibdênio em solução sólida. Porém esses carbonetos tendem a coalescer após longos períodos em altas temperaturas. O aumento do teor de cromo diminui o teor efetivo de molibdênio para a formação de carbonetos do tipo M_2C , logo ocorre a redução da resistência ao revenimento. [1,26]

A queda de dureza devido ao coalescimento dos carbonetos favorece o desgaste e deformação plástica, ocasionando a falha da ferramenta. A Figura 2.23 apresenta um comparativo entre o VEX e o H13, com durezas iniciais de 45 HRC, submetidos à temperatura de 600 °C por um período de 100 horas. [17]

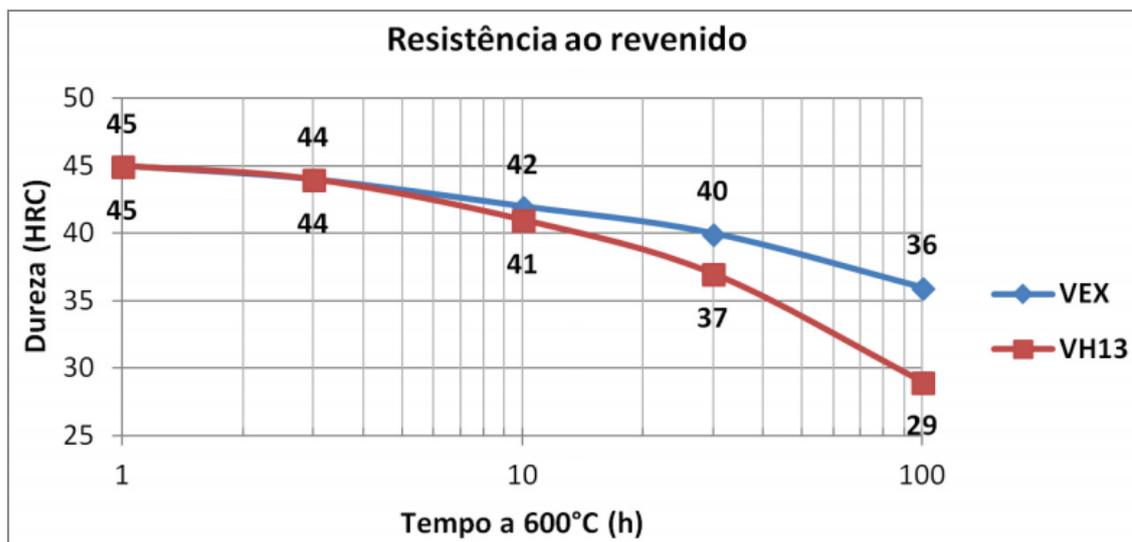


Figura 2.22 – Resistência ao revenimento do VEX e VH13. [17]

A adição de alumínio nos aços diminui o percentual de oxigênio nos aços pela formação de óxidos de alumínio. Além da formação de aluminetos, na presença de nitrogênio, o alumínio tende a formar nitretos, assim como outros elementos como Ti, V e Nb. É bastante disseminado na literatura que embora o efeito da capacidade de endurecimento por precipitação de nitretos de alumínio seja baixa, o efeito do refino de grão pela inibição do crescimento de grão tem grande influência na melhoria das propriedades mecânicas. O Al também tem grande influência na dureza da camada nitretadas. [17,27]

2.3 Nitretação

A nitretação é um tratamento termoquímico com o objetivo de aumentar a dureza superficial por meio da difusão de nitrogênio em aços. No caso dos aços deste trabalho emprega-se uma temperatura entre 480°C e 600°C, ou seja, nesta faixa de temperatura o material encontra-se na condição ferrítica ou martensítica

e não ocorre nenhuma transformação de fase que não esteja relacionada com a formação dos nitretos. Entre os principais objetivos da utilização da nitretação destacam-se a obtenção de durezas superficiais elevadíssimas, aumento da resistência ao desgaste, melhoria na resistência à fadiga, maior resistência à corrosão e aumento da resistência ao revenimento da superfície. [1,18,28]

A formação, difusão de nitrogênio e porcentagem de fases da camada nitretada são influenciadas por parâmetros como temperatura do forno, tempo, fluxo gasoso, mistura gasosa e composição química do material. O limite de solubilidade do nitrogênio no ferro é dependente da temperatura e pode ser visualizado no diagrama de equilíbrio Fe-N que é apresentado na Figura 2.24. [29]

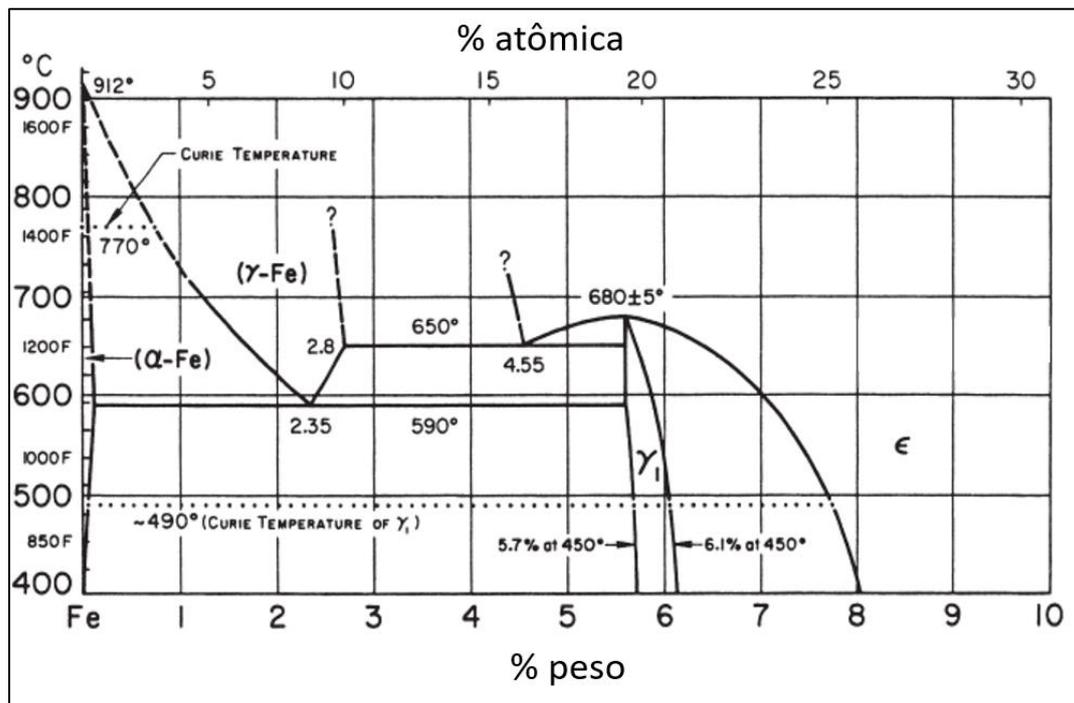


Figura 2.23 – Diagrama de equilíbrio Fe-N. [29]

No diagrama de fase, o Fe_4N é chamado de fase γ' e o Fe_{2-3}N de fase ϵ . A região correspondente no diagrama ao campo de fase da ferrita está abaixo da temperatura eutetóide, aproximadamente 590°C. Quando a concentração de nitrogênio atinge o limite de solubilidade da α -Fe, a primeira fase a ser formada será γ' . Conforme a concentração de nitrogênio aumenta, ocorre a formação da fase ϵ . [30]

Devido à baixa solubilidade do nitrogênio no ferro, mesmo com parâmetros de processo controlados, ocorre a formação de uma mistura de fases γ' e ϵ na superfície, formando uma camada caracteristicamente branca, mostrada na Figura 2.25. A literatura diverge em relação aos efeitos positivos ou negativos da presença de tal camada branca e sua influência na resistência ao desgaste em matrizes de extrusão a quente. BIROL (2012) avaliou que toda a camada branca é removida durante o processo de extrusão. [30-32]

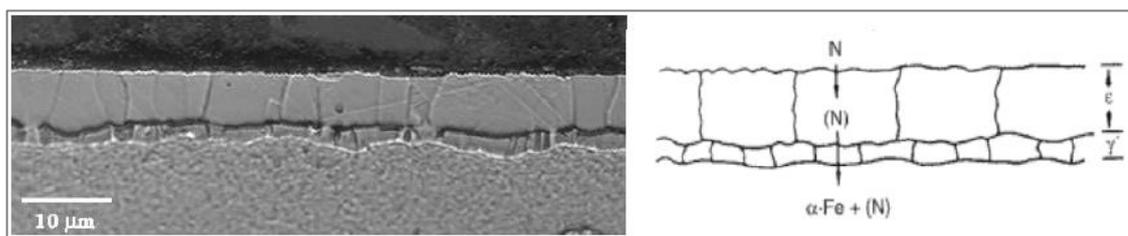


Figura 2.24 – Camada branca formada de fase ϵ e γ' . [30]

Abaixo da camada branca, ou camada de compostos, ocorre a formação da zona de difusão. Nesta camada o nitrogênio pode estar na forma de solução sólida e pode ocorrer a formação de nitretos com elementos de liga. O efeito do nitrogênio no endurecimento por solução sólida é baixo e a resistência mecânica é aumentada pela precipitação dos nitretos finos na matriz. A dureza na camada de difusão decai à medida que se afasta da superfície até a dureza do substrato, conforme Figura 2.26. [30-33]

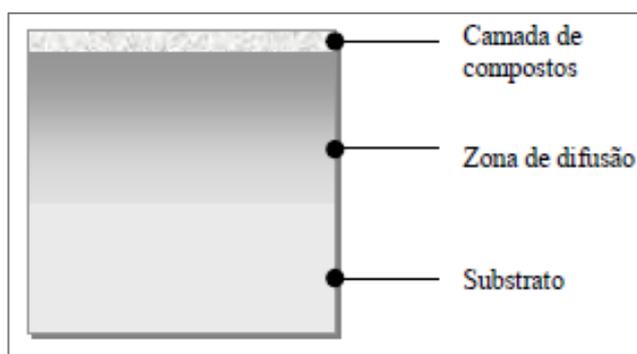


Figura 2.25 – Esquema das camadas oriundas do processo de nitretação. [33]

O efeito no tempo de nitretação na dureza superficial e desgaste no aço JIS SACM 645 foi demonstrado por Yeh, et al. (2011) na Figura 2.27. A

profundidade da camada nitretada aumentou quase que linearmente em função do tempo de nitretação. [34]

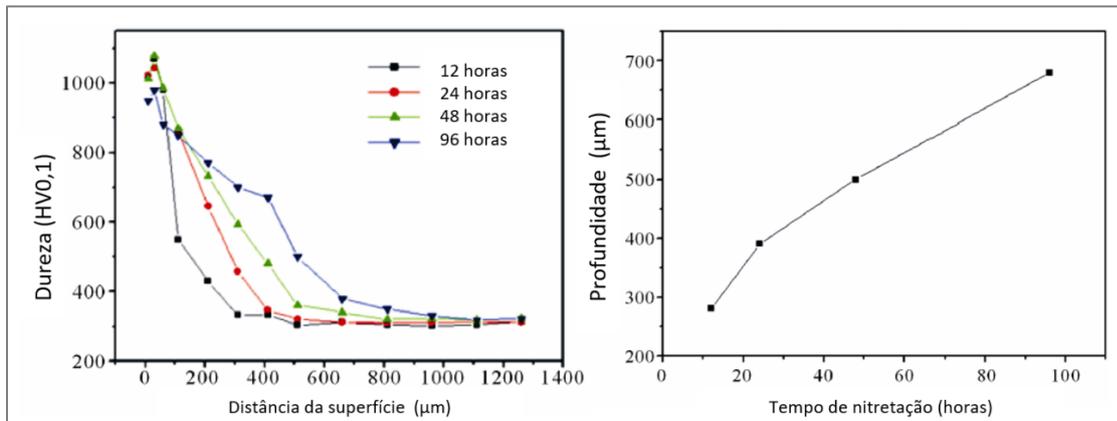


Figura 2.26 – Efeito do tempo de nitretação na dureza e profundidade do aço JIS SACM 645. [34]

O ensaio de desgaste, tipo “block on roller”, em aço ferramenta AISI O1 com 62 HRC, mostrou que quanto maior a profundidade de nitretação menor é a perda de massa por desgaste. Assim como a queda da dureza do substrato, de 40 HRC para 30 HRC, promoveu a perda de massa três vezes maior no aço com dureza inferior, conforme Figura 2.28. [34]

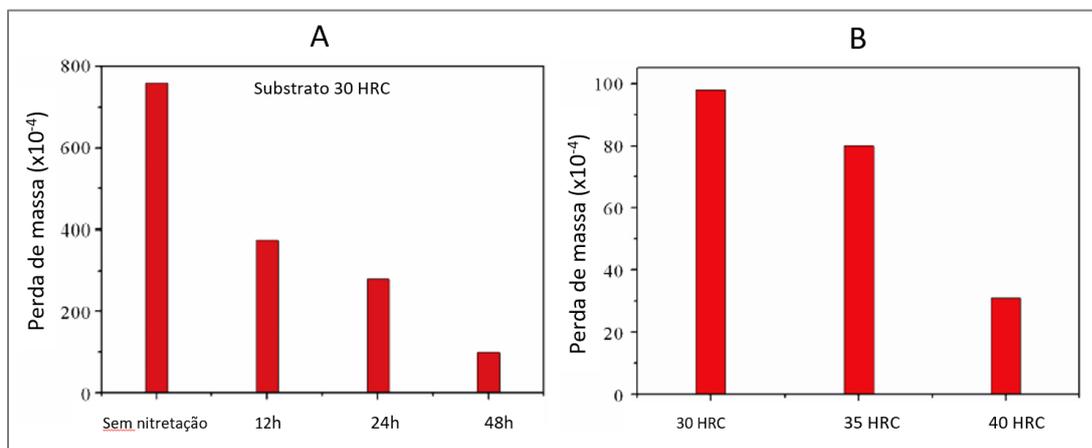


Figura 2.27 – A) perda de massa em função do tempo de nitretação com dureza do substrato constante em 30 HRC. B) perda de massa em função das diferentes durezas dos substrato com tempo de nitretação constante de 48 horas. [34]

2.3.1 Nitretação a gás

Na nitretação a gás, é utilizada NH_3 como fonte de nitrogênio devido ao potencial químico relativamente alto comparado ao nitrogênio gasoso N_2 . O potencial químico do N_2 é extremamente baixo e a pressão de equilíbrio necessária para difundir o N no aço seria muito alta, Figura 2.29. A decomposição da amônia acontece de acordo com a equação abaixo. [18,30]

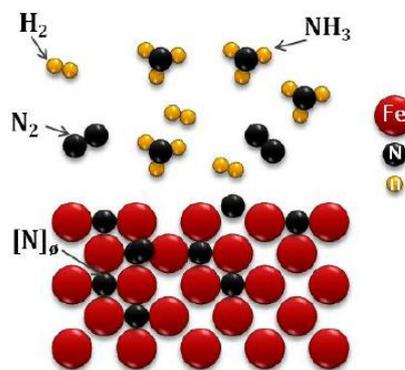
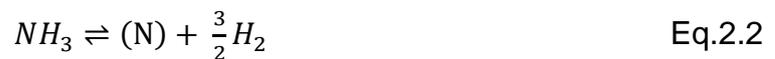


Figura 2.28 – Esquema de dissociação da amônia na nitretação a gás. [30]

2.3.2 Nitretação a plasma

A nitretação a plasma, ou iônica, consiste na aplicação de descargas luminescentes para fornecimento de íons de nitrogênio na superfície do material. Em uma câmara a vácuo, os íons são acelerados em direção a peça, cátodo, por meio da aplicação de um campo elétrico. O bombardeamento de íons provoca o aquecimento e limpeza da superfície e fornece o nitrogênio ativo necessário para nitretação, conforme Figura 2.30. [18,30,33]

As vantagens da nitretação a plasma são a maior uniformidade da camada e composição química, melhor controle da camada, menor distorção das peças, redução de tempo de nitretação e menor consumo de energia. [18]

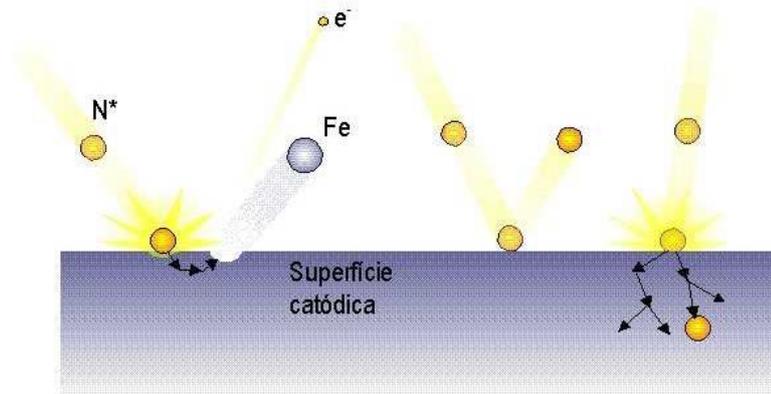


Figura 2.29 – Colisão de íons na superfície catódica durante a nitretação a plasma. [30]

2.3.3 Influência dos Elementos de liga na camada nitretada

A composição do aço influencia tanto na formação dos precipitados quanto no comportamento do nitrogênio na zona de difusão. Simulações computacionais, Figura 2.31, também mostram a relação do teor de cromo com a profundidade da camada nitretada. O modelo assume a presença de nitrogênio tanto em solução na matriz de ferro quanto na forma de precipitados. [32, 35]

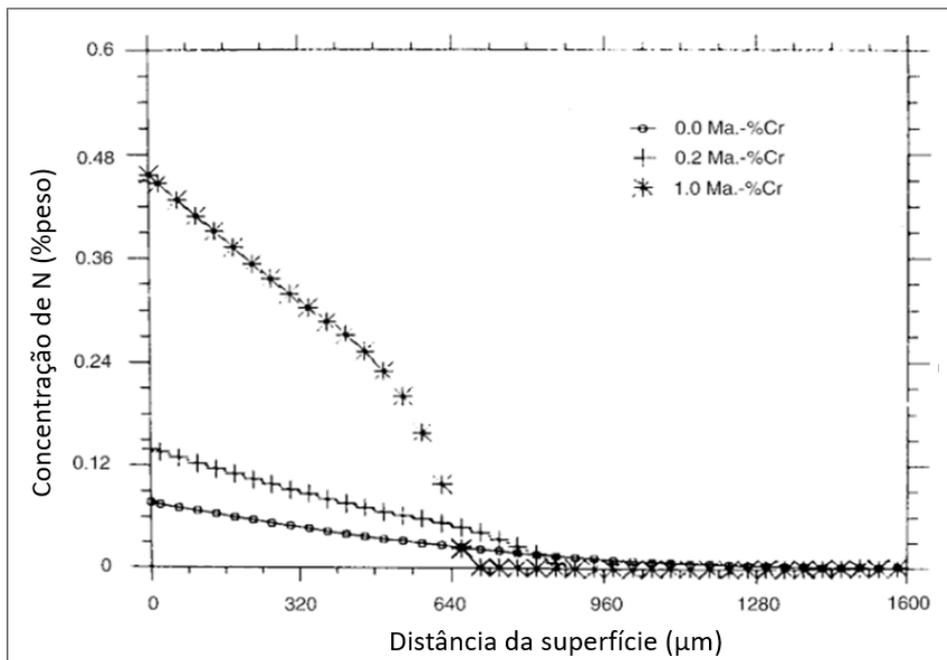


Figura 2.30 - Simulação da concentração de nitrogênio para o Fe puro e ligas Fe-Cr, 550°C 10horas.[35]

A nitretação é normalmente empregada em aços que contenham elementos que são fortes formadores de nitretos, como cromo, alumínio, vanádio, tungstênio e molibdênio. Conforme o nitrogênio se difunde na superfície, ocorre a combinação com os elementos de liga para a precipitação fina de nitretos daqueles elementos. A distribuição de tais nitretos na matriz martensítica revenida promove alta dureza na superfície do material, acima de 1000 HV. Os nitretos formados são, em sua maioria, estáveis e resistem ao coalescimento que seria provocado pelas elevadas temperaturas de operação ou pelo aquecimento pelo atrito entre tarugo e matriz durante a passagem pelo canal de extrusão. [36]

Alguns dos aços ferramenta mais utilizados no processo de nitretação são o H13 e H11 para trabalho a quente; A2, A6, D2, D3 e S7 para trabalho a frio; aços rápidos M2 e M4; e P20 para moldes de injeção de materiais poliméricos. [1]

O VEX apresenta alumínio em sua composição química e, quando submetido ao processo de nitretação, apresenta dureza superficial mais elevada que o H13, conforme apresentado na Figura 2.32. A dureza superficial mais elevada é justificada pela formação de nitretos de alumínio (AlN), Figura 2.32. Termodinamicamente, o alumínio apresenta maior afinidade com o nitrogênio que o cromo, cuja presença no H13 favorece predominantemente a formação de nitretos de cromo. A série de aços Nitralloys, apresentam em torno de 1,0% de alumínio e entre 1,2 e 1,6% de cromo. [17]

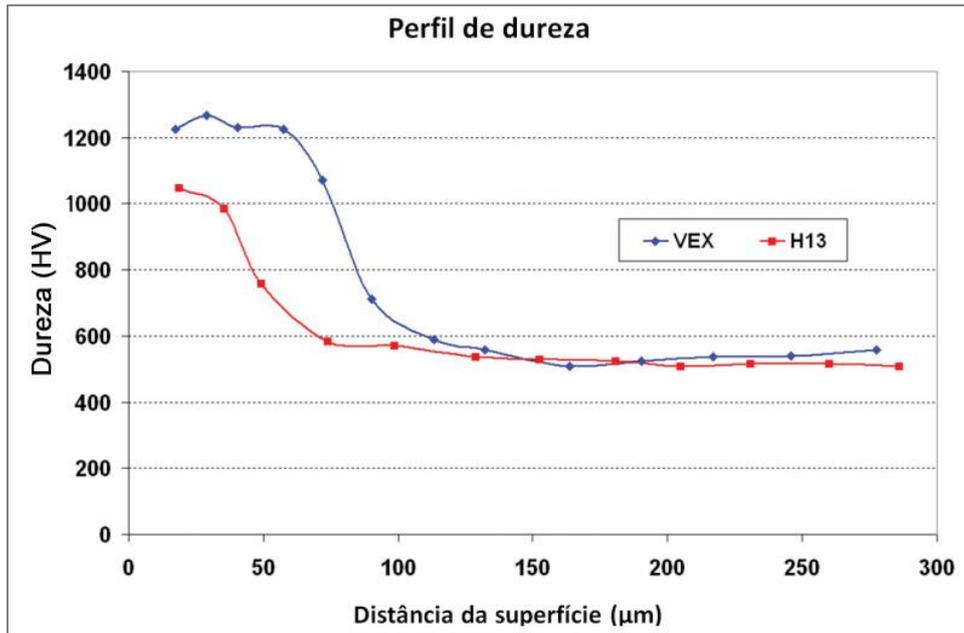


Figura 2.31 – Perfil de microdureza de amostras de AISI H13 e VEX nitretadas.[17]

O aumento do teor de cromo nos aços diminui a profundidade da camada nitretada. A Figura 2.33 mostra a profundidade da camada nitretada em função do tempo de exposição das amostras a 525°C em atmosfera nitretante para os AISI D2 que contem 12%Cr, e aços AISI H11 e H12 que contém em torno de 5%Cr. [37]

Dessa maneira, a profundidade da camada nitretada no VEX é maior que no H13 devido a menor porcentagem de elementos de liga e consequentemente a difusão do nitrogênio ocorre com maior facilidade.

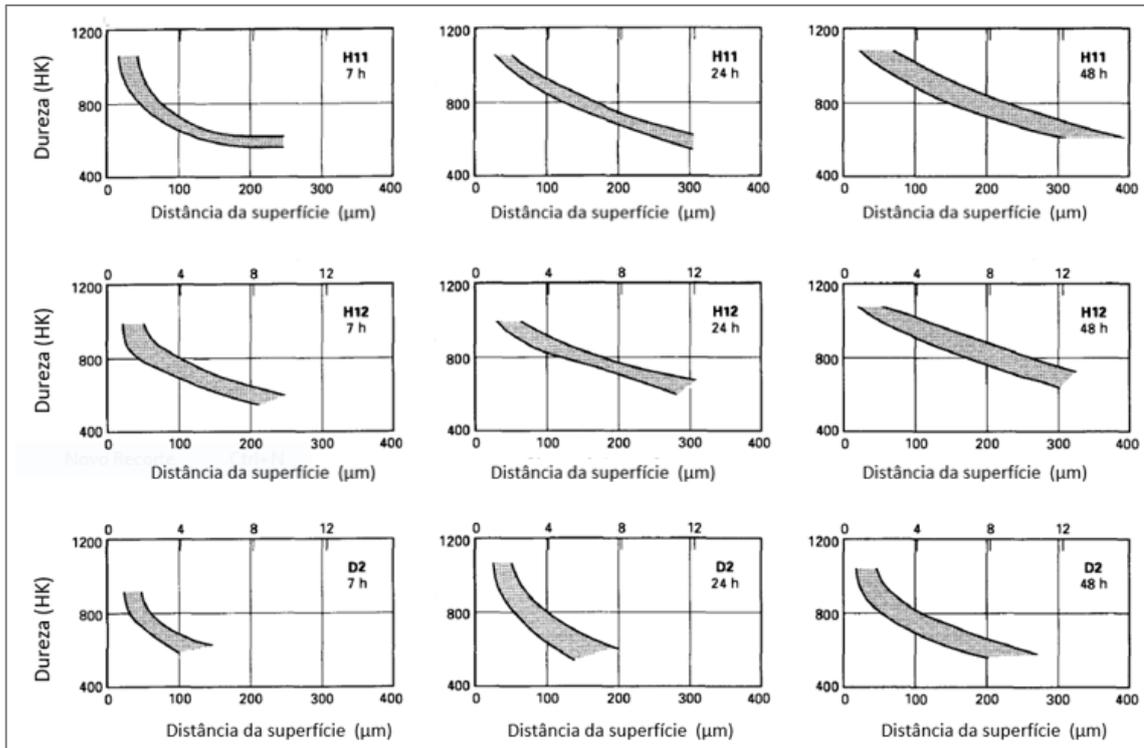


Figura 2.32 - Perfil de dureza para os aços AISI H11, H12 e D2 após nitretação à 525°C por períodos de 7, 24 e 48 horas. [37]

Analisando-se a Tabela 2.3, observa-se que a interação entre o nitrogênio e os elementos de liga está relacionada com a energia livre de formação e a estrutura cristalina do nitreto formado. Os nitretos com estrutura cúbica de face centrada podem formar placas coerentes ou semi-coerentes com os planos cúbicos da ferrita. Esses precipitados nucleiam de forma homogênea, porém de acordo com Abdul-Hussein (1984), os nitretos de alumínio com estruturas hexagonais nucleiam principalmente em discordâncias. O crescimento da partícula de AlN gera tensões suficientes para produzir mais discordâncias nas quais mais precipitados podem ser formados. Esta dificuldade de nucleação da fase hexagonal AlN ocorre devido ao composto ter caráter covalente. Nos casos do CrN, TiN ou VN o átomo nitrogênio ocupa o mesmo interstício octaédrico que ele ocuparia na matriz. Na estrutura hexagonal do AlN, os átomos de nitrogênio ocupam os interstícios tetraédricos. [38]

Tabela 2.3 – Fases de nitretos mais encontradas em aços para nitretação. [38]

Fase	Estrutura Cristalina	Parâmetro de rede (Å)	Energia livre de formação (KJ/mol)
TiN	FCC	a = 4.244	-335
AlN	Hexagonal	a=3.110 c=4.975	-301
VN	FCC	a = 4.139	-218
CrN	FCC	a = 4.149	-126
Mo₂N	FCC	a = 4.169	-82
W₂N	FCC	a = 4.126	-71

2.3.4 Tensão residual na camada nitretada

A composição do material e os parâmetros de processo interferem diretamente no estado de tensões residuais do aço nitretado. [32,35]

Dados de difração de raios-X da literatura, Tabela 2.4, mostram o surgimento de tensões compressivas mais altas para a camada composta puramente de γ' -Fe₄N que para a camada de ϵ -Fe₂₋₃N ou Fe₂₋₃N + Fe₄N (ϵ + γ') e que o aumento do tempo de nitretação de 16 para 32 horas não interferiu nas tensões residuais. Porém, muitos experimentos comprovaram que o nível tensão residual aumenta com o aumento do teor de nitrogênio. [32]

Tabela 2.4 – Distribuição da tensão residual nas fases ϵ e γ' da camada branca. [32]

Distância da superfície (mm)	Tensão residual MPa			
	ϵ - Fe ₂₋₃ N		γ' - Fe ₄ N	
0	-54	48	-327	-393
0,005	-492	-264	-624	-528
0,01	-594	...	-721	...
0,015	...	-432	...	-764
0,02	-590	-587	-705	-724
0,03	-640

Conforme mostra a Figura 2.34 e a Tabela 2.5, aços que contenham elementos com grande afinidade para a formação de nitretos como cromo, alumínio e titânio, apresentaram alta dureza e tensão residual na camada superficial. A microdureza pode estar relacionada com o nível de tensões residuais. O aumento do teor de carbono eleva tensão residual compressiva. [32]

Tabela 2.5 – Relação da tensão residual com os elementos formadores de nitretos. [39]

Fase	Tensão residual	
	MPa	ksi
AlN	-820	-120
CrN	-440	-65
Cr ₂ N	-210	-30

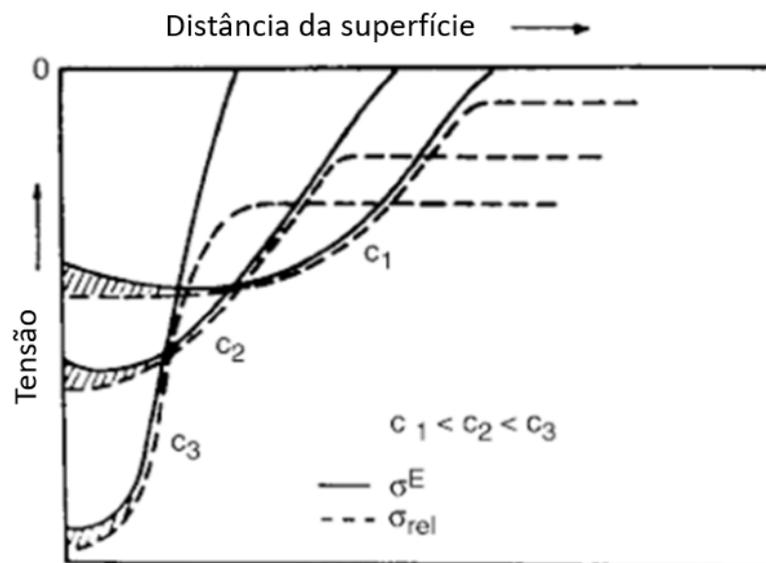


Figura 2.33 – Aumento da tensão residual em função da concentração de elementos formadores de nitretos. [39]

A Figura 2.35 mostra que a temperatura de nitretação influencia na taxa de difusão no nitrogênio e conseqüentemente na tensão residual. Já, a Figura 2.36 mostra que o tempo de processo também influencia no perfil de tensões. Longos tempos produzirão tensões compressivas mais profundas com valores mais baixos perto da superfície. [18]

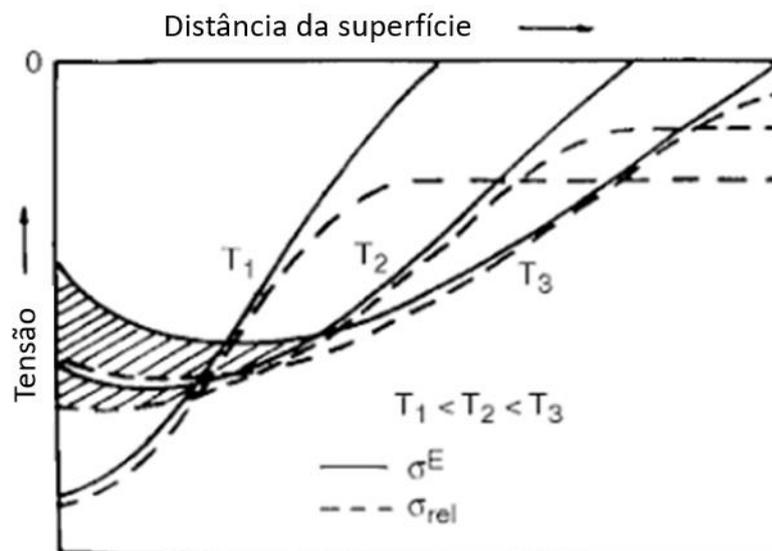


Figura 2.34 – Relação da temperatura com a tensão residual. [39]

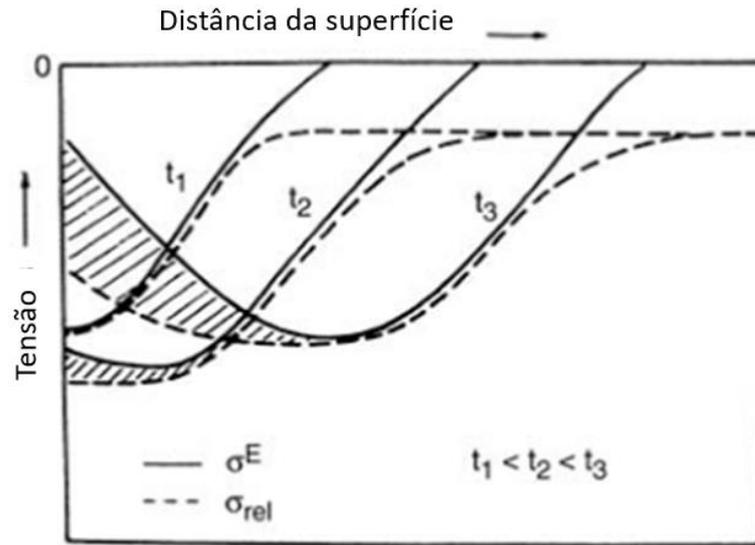


Figura 2.35 – Relação do tempo de nitretação com a tensão residual. [39]

Este aumento na dureza superficial promovido pelo processo de nitretação promove melhorias em propriedades como resistência ao desgaste, resistência à fadiga, resistência à corrosão e resistência ao revenido. Porém, o aumento da dureza superficial e tensões superficiais compressivas oriundas da nitretação diminuem a tenacidade da superfície da ferramenta que podem ocasionar lascamentos, principalmente em regiões suscetíveis à concentração de tensões. [40]

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados no desenvolvimento deste trabalho foram os seguintes aços ferramenta para trabalho:

- VH13ISO[®], similar ao AISI H13, DIN WNr. 1.2344
- VEX[®], desenvolvido para uso em matrizes de extrusão nitretadas sem similaridades normatizadas.

O objetivo de utilização do AISI H13 é devido ao fato deste ser o aço ferramenta para trabalho a quente mais utilizado na confecção de matrizes de extrusão de alumínio. Desse modo, as propriedades e o desempenho do VEX foram comparadas ao VH13.

Ambos os materiais foram produzidos pela empresa Villares Metals S.A. O processo de produção contou com aciaria em forno elétrico a arco, desgaseificação a vácuo, lingotamento convencional, forjamento e tratamentos térmicos. As amostras de VH13 foram retiradas de uma barra cilíndrica forjada com 305mm de diâmetro e as de VEX de uma barra cilíndrica forjada com 330 mm de diâmetro.

Os materiais foram caracterizados de acordo com o fluxograma de processo apresentado na Figura 3.1.

Com o objetivo de avaliar o desempenho em produção dos materiais estudados, foram confeccionadas, tanto em VEX quanto em VH13, duas matrizes idênticas de extrusão de perfis tubulares de liga de alumínio AA6060. As matrizes, apresentadas na Figura 3.2, foram submetidas à nitretação gasosa e colocadas em produção até o final de suas vidas úteis. Cada matriz foi re-nitretada de acordo com a necessidade de cada uma durante o processo; ou seja, as matrizes também foram submetidas a múltiplas nitretações. As condições de trabalho empregadas na matriz produzida em aço ferramenta VEX foram as mesmas utilizadas no VH13.

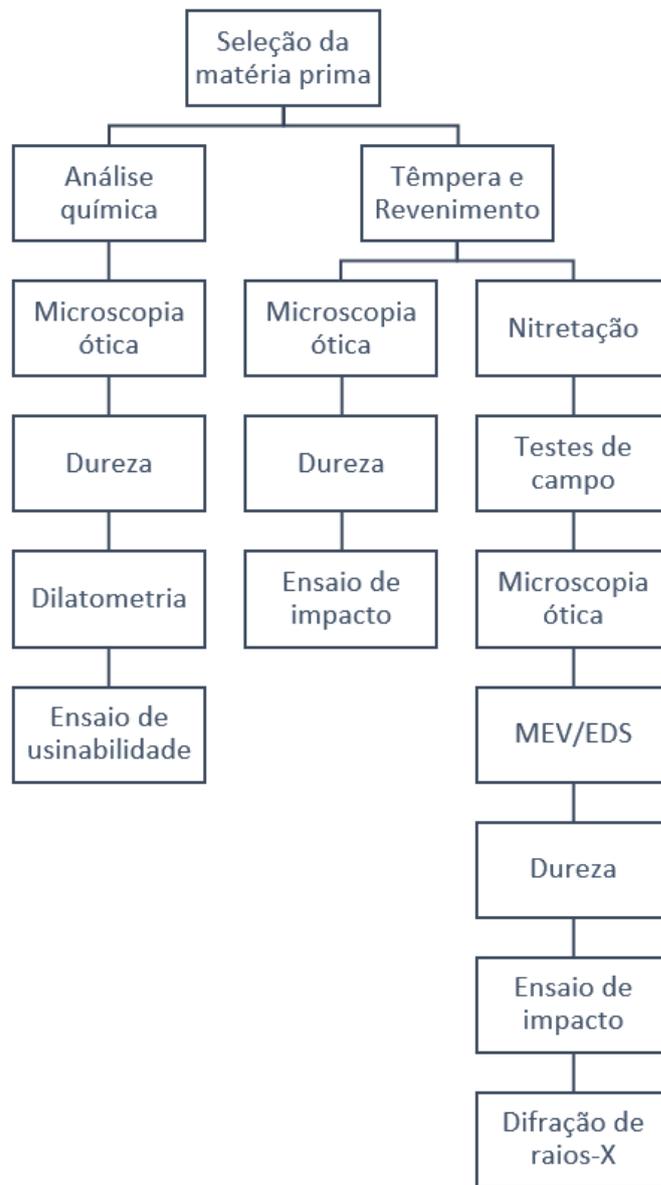


Figura 3.1 – Fluxograma do processo de caracterização.

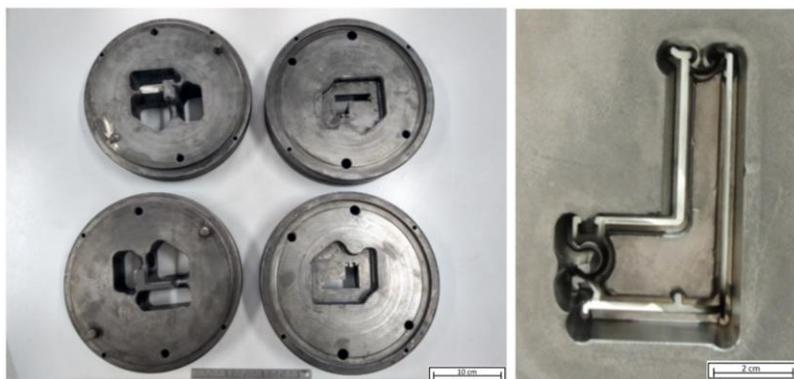


Figura 3.2 - Matrizes utilizadas neste estudo após o final de suas vidas úteis.

A Liga AlMgSi0,5, alumínio 6060, é a liga mais usada em processos de extrusão. Mesmo em casos de perfis complexos e complicados, esta liga oferece média resistência e facilidade de extrusão, alta resistência a corrosão e boa conformabilidade. Esta liga se aplica na extrusão de perfis para portas, construção civil, janelas, iluminação, corrimãos e mobílias. Em relação às propriedades de corrosão e soldabilidade, a liga 6060 apresenta boas características. As faixas de composição química da liga de alumínio 6060 são apresentadas na Tabela 3.1 e as propriedades físicas na Tabela 3.2. [7,41]

O Mg e Si tem grande importância nas ligas do grupo 6XXX devido à formação do intermetálico Mg₂Si. Após tratamento térmico adequado, este intermetálico é responsável pelo aumento de resistência mecânica da liga. Acima de 480 °C, a maior parte dos precipitados Mg₂Si dissolvem e o Mg e Si entram em solução sólida na matriz de Al, ou seja, a temperatura emergente do perfil extrudado deve ser superior a 480°C. Durante o envelhecimento ocorrerá a formação dos compostos intermetálicos que foram colocados em solução sólida. [7]

Tabela 3.1 – Composição química da liga de alumínio 6060 [41]

Faixas	Elementos (% em peso)								
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
Mín	0,30	0,10	-	-	0,35	-	-	-	Restante
Máx	0,60	0,30	0,10	0,10	0,60	0,05	0,15	0,10	Restante

Tabela 3.2 – Propriedades mecânicas da liga de alumínio 6060 [7]

Propriedades					
Massa específica (g/cm ³)	Módulo de elasticidade (GPa)	Temperatura de fusão (°C)	Calor específico (cal/g°C)	Coef. Exp. Linear (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	Condutividade térmica (cal/cms°C)
2,71	70	600-650	0,21	23	0,48

3.1 Análise química

A composição química de cada material foi determinada por meio de combustão direta para os elementos C e S com equipamento LECO, modelo CS-844, e emissão óptica para os demais elementos com equipamento Thermo, modelo ARL 4460, Figura 3.3. Os resultados obtidos foram correlacionados com as faixas previstas pela ASTM A-681 e NADCA.



Figura 3.3 – Imagem dos equipamentos CS844 e ARL4460, respectivamente.

3.2 Tratamentos térmicos

O tratamento térmico de têmpera foi realizado em todas as amostras que foram submetidas à nitretação em forno a vácuo marca Rübigin, Figura 3.4, com aquecimento resistivo e resfriamento com pressão de nitrogênio de 6 bar. A temperatura de austenitização empregada foi de 1020 °C para ambos os materiais.

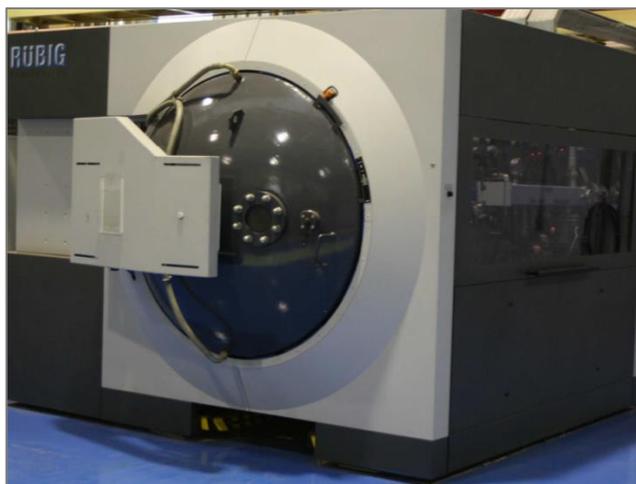


Figura 3.4 – Forno R big para t mpera a v cuo.

A Figura 3.5 mostra as amostras de metalografia e tens o residual antes do tratamento t rmico. A superf cie analisada ficou voltada para cima para as amostras de metalografia e lateralmente para as amostras do perfil de tens o residual.



Figura 3.5 – Amostras de VEX e VH13 antes do tratamento t rmico, respectivamente.

As amostras de impacto e resposta a t mpera foram temperadas em fornos tipo mufla da Carbolite Furnaces, modelo CTF 16/50 e resfriadas em  leo.

O processo de revenimento triplo dos materiais, antes do processo de nitreta o, foi empregado logo ap s a t mpera em forno AICHELIN com atmosfera neutra. Com objetivo de atingir as durezas t picas de trabalho de 48 a 50HRC, a temperatura de revenimento empregada foi 590 C para o VH13 e 580 C para o VEX.

Para as análises de resposta à têmpera, tamanho de grão, ensaio de impacto e outros tratamentos térmicos, as amostras foram tratadas em fornos tipo mufla da Carbolite Furnaces, modelo CTF 16/50, com limite de temperatura máxima de 1600°C. Os tratamentos térmicos de revenimento destas amostras foram realizados em forno LINDBERG, modelo Blue M. A resistência ao revenido das amostras nitretadas foi realizada mantendo as amostras a 600°C durante períodos de 1, 3, 10, 30 e 100 horas. O objetivo deste revenimento foi simular as condições de trabalho mais severas atingidas na aplicação de cada material.

3.3 Nitretação

Neste trabalho foram avaliadas tanto a nitretação gasosa quanto a nitretação a plasma. Todas as amostras foram seccionadas em cubos com 20 x 20 x 20 mm, lixadas em lixas #100, #180, #400 e #600 e polidas com pasta de diamante com granulação 6 µm.

O processo de nitretação a plasma foi realizado em forno modelo Rübige, apresentado na Figura 3.6. As temperaturas de patamar empregadas foram 480°C e 520°C em atmosfera composta por 20%N₂ e 80%H₂ e pressão de 3.5mbar. A tensão entre eletrodos aplicada foi 520V com pulsos de 100µs e intervalos de 500µs. O tempo de duração total do ciclo foi 6 horas. O ciclo inicialmente envolveu o aquecimento e sputtering. As amostras empregadas neste processo foram os corpos de prova para levantamento do perfil de tensão residual, resistência ao revenido da camada nitretada e micrografias.



Figura 3.6 – Forno de nitretação a plasma do Centro de Serviços de Tratamentos Térmicos da Villares Metals S.A.

As matrizes de extrusão e as 11 amostras submetidas a múltiplas nitretações foram nitretadas a gás. O processo de nitretação a gás também foi realizado a 520°C em atmosfera composta por 20%N₂ e 80%H₂. O tempo de duração de cada ciclo foi o mesmo aplicado na nitretação a plasma, 6 horas. Cada amostra foi numerada de 1 a 11, de modo a indicar o número de ciclos aplicados em cada uma.

3.4 Microscopia ótica

O processo de preparação das amostras envolveu o embutimento das provas em resina fenólica de alta dureza a 180°C. O objetivo do embutimento foi diminuir o abaulamento e evitar riscos na borda a ser analisada. A superfície das amostras metalográficas foi devidamente lixada em lixadeiras motorizadas com papeis de lixa de SiC e resfriamento a água. A sequência de preparação utilizada foi desbaste com lixa 100, seguido pelas lixas 180, 320, 400 e 600. A direção de preparação alternou-se em 90° entre lixamentos. O polimento manual foi realizado com feltro e pastas de diamante de 6µm e 1µm.

Todas as amostras foram cortadas e preparadas na direção longitudinal para avaliação das microinclusões e microestruturas.

As amostras sem ataque metalográfico foram avaliadas para determinação do nível de microinclusões. Após essa análise, o ataque metalográfico foi conduzido por imersão total das provas em reagente Nital 4%. O reagente nital é composto por 4ml de ácido nítrico e 96ml de etanol.

A caracterização microestrutural foi realizada em microscópio ótico Zeiss Observer.Z1m com auxílio do software AxioCamMR3, conforme Figura 3.7.



Figura 3.7 – Microscópio ótico Zeiss Observer.Z1m do Laboratório Metalográfico da Villares Metals.

A análise de microinclusões foi conduzida conforme o método A da norma ASTM E45. O método A determina a maior severidade de todos os tipos e séries de inclusões encontradas em uma área superior a 160mm^2 . O tipos são classificados entre sulfetos (A), aluminetos (B), silicatos (C) e óxidos globulares (D). As séries são divididas entre fina (F) e grossa (G).

As microestruturas de cada material nas condições recozida e temperada e revenida foram avaliadas de acordo com os requisitos da NADCA. A NADCA estabelece que a microestrutura do material recozido deve apresentar matriz ferrítica com distribuição homogênea de carbonetos secundários esferoidizados. O material não deve apresentar carbonetos primários grosseiros do tipo MC, ricos em vanádio. O nível de microsegregação também foi avaliado comparativamente com as tabelas de bandeamento, apresentadas na Figura 3.8. Nas imagens reprovadas, é possível verificar a presença de carbonetos primários nas zonas mais segregadas. Por serem extremamente duros e frágeis, os carbonetos de vanádio grosseiros atuam de maneira deletéria na tenacidade dos aços ferramenta para trabalho a quente. [29]

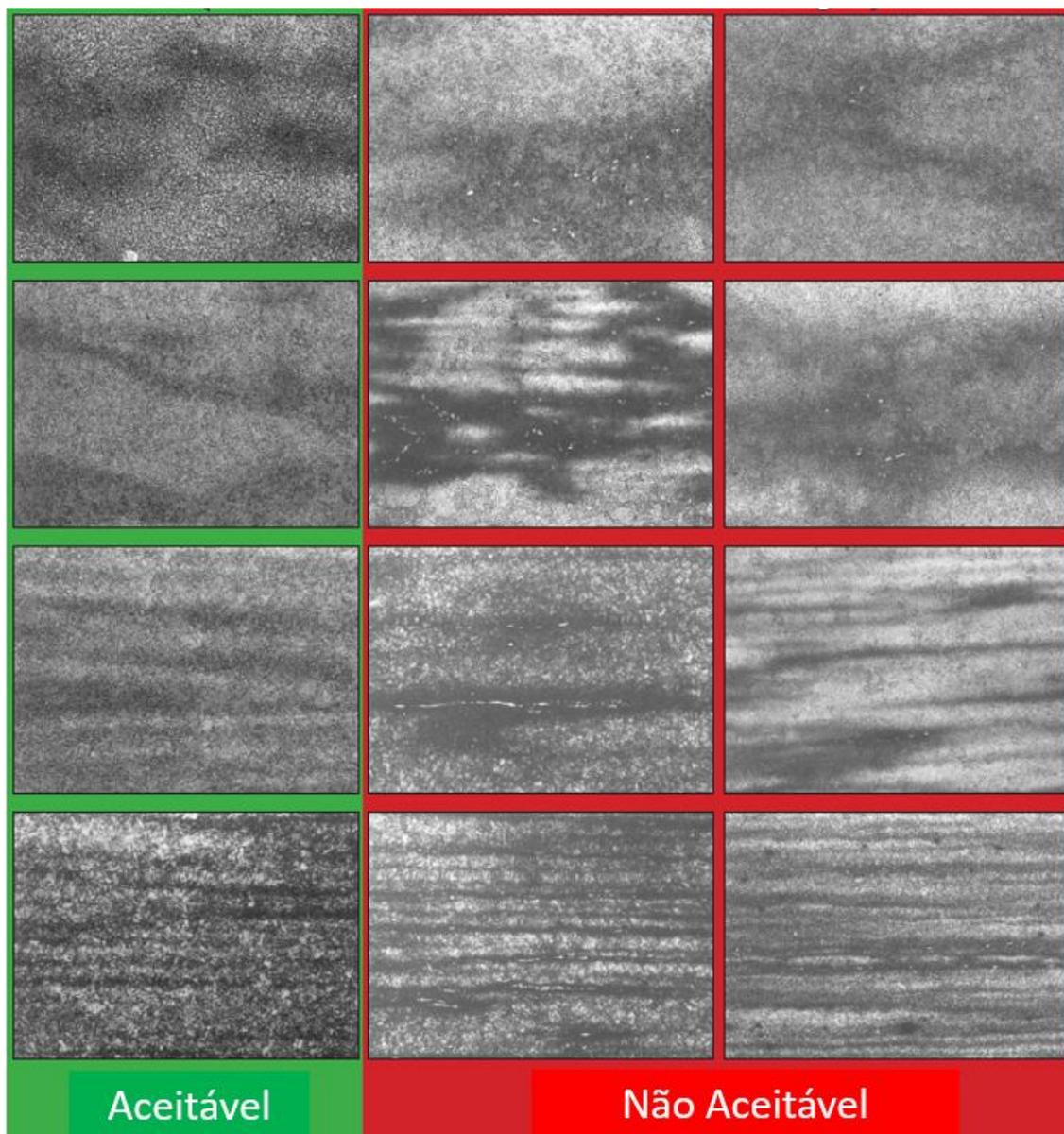


Figura 3.8 – Níveis de microsegregação aceitáveis e reprovados de acordo com a NADCA. [16]

Os tamanhos de grão foram analisados conforme a norma ASTM E112 por método de têmpera direta, no qual os corpos de prova são austenitizados por 30 minutos, seguido por resfriamento moderado a 590°C.

O perfil de desgaste das matrizes foi caracterizado por meio de um microscópio ótico digital modelo KH-1300 da marca HIROX. Este microscópio possui um motor integrado no eixo Z que realiza o empilhamento de imagens, com precisão de até 0,05µm por passo, e gera o perfil de desgaste avaliado.

3.5 Microscopia eletrônica de varredura

Os perfis de concentração de nitrogênio das camadas nitretadas foram realizados por meio de espectrometria de energia dispersiva, EDS, em microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL, modelo JXA-8230, apresentado na Figura 3.9.



Figura 3.9 – MEV JEOL-8230 do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals.

3.6 Ensaio de dureza

O perfil de microdureza foi empregado para determinação das durezas superficiais, determinação da profundidade da camada nitretada e avaliação do efeito das temperaturas de trabalho na dureza superficial dos materiais avaliados. As amostras nitretadas foram embutidas em baquelites para alta retenção de borda e polidas até diamante de 1 μ m. A medida do perfil de microdureza Vickers foi conduzida de acordo com a norma ASTM-E92 com microdurômetro Zwick modelo 3212 e carga de 0,2Kg, apresentado na Figura 3.10. A profundidade da camada nitretada foi determinada conforme a norma DIN 50190.

A determinação do perfil de microdureza Vickers foi realizada nas seguintes amostras:

- Amostras nitretadas a gás e a plasma.
- Amostras nitretadas a gás 1, 3 e 11 vezes consecutivas.
- Amostras nitretadas e revenidas a 600° C por 1, 3, 10 e 100 horas.
- Superfície dos mandris das matrizes usadas.



Figura 3.10 – Microdurômetro Zwick 3212 do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.

As durezas Brinell foram realizadas conforme norma ASTM E10 em durômetro marca Wilson Hardness, modelo Wolpert UH930 com penetrador de esfera de carboneto de tungstênio com diâmetro de 2,5mm e carga de 187,5 kgf, apresentado na Figura 3.11.

As durezas Rockwell C foram realizadas de acordo com a norma ASTM E18 em um durômetro marca Wilson Hardness, modelo Rockwell 574 com carga de 150kgf e penetrador cônico de diamante.



Figura 3.11 – Durômetros Brinell e Rockwell do Laboratório Metalográfico da Villares Metals S.A.

3.7 Dilatometria

A dilatometria é uma técnica para investigar as transformações de fase dos aços no estado sólido. Esta técnica consistiu em austenitizar os materiais até uma temperatura específica e resfriá-los de forma controlada.

Com base nesta técnica e com o objetivo construir as curvas TRC, transformação em resfriamento contínuo, dos materiais em estudo, foi utilizado um dilatômetro de alta precisão modelo DIL805A/D, da marca TA instruments. As análises foram conduzidas no centro de pesquisa e desenvolvimento da Villares Metals. Os corpos de prova foram usinados com diâmetro de 4mm e comprimento de 10mm. Um termopar do tipo K foi soldado aos corpos de prova para monitorar a temperatura. O corpo de prova foi colocado dentro de uma bobina que aquece o material por indução. Durante todo o ensaio a amostra ficou submetida a vácuo para evitar a oxidação superficial. A mesma bobina é responsável por injetar He para resfriar o corpo de prova. A taxa de aquecimento foi de 3 °C/s até 1020 °C. Após atingir a temperatura máxima programada, o material seguiu em patamar por 600s e em sequência foi resfriado. As taxas de resfriamento utilizadas foram 50; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,1 e 0,03 °C/s. O dilatômetro utilizado é mostrado na Figura 3.12.



Figura 3.12 – Dilatômetro de alta precisão modelo DIL805A/D do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.

3.8 Ensaio de impacto

O ensaio de impacto Charpy-V foi realizado na direção transversal, de acordo com os requisitos ASTM E23. Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios de impacto tipo pêndulo, da marca TIME, modelo JB-W800, com carga teórica máxima de 800J, Figura 3.13.



Figura 3.13 – Máquina de ensaios de impacto do Laboratório de Ensaios Mecânicos da Villares Metals S.A.

Conforme posições estabelecidas pela NADCA, os corpos de prova foram retirados do núcleo das barras com entalhe na direção transversal, exemplo na Figura 3.14. O tratamento térmico empregado consistiu em têmpera e revenimento com objetivação de dureza entre 44 e 46 HRC.

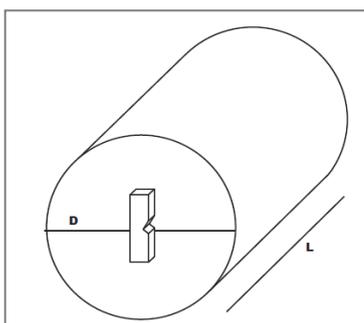


Figura 3.14 - Posição de retirada de corpos de provas para ensaio de impacto Charpy-V. [16]

As matrizes após o final da vida útil também foram caracterizadas por meio de impacto Charpy-V no núcleo e sem entalhe no meio raio, conforme VDG-M82. A posição de retirada das amostras pode ser observada na Figura 3.15.

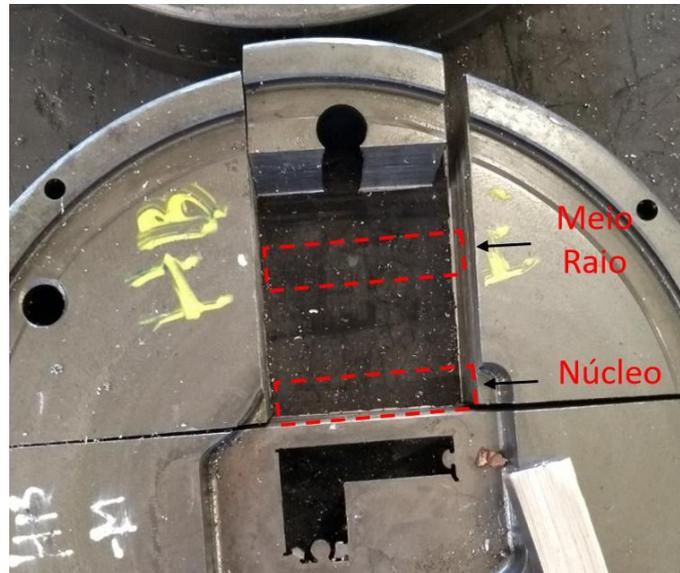


Figura 3.15 - Posição de retirada das amostras

3.9 Difração de raios-X

A técnica de difração de raios-X foi utilizada para identificação de fases cristalinas e construção do perfil de tensões residuais das superfícies nitretadas.

A determinação de fases foi realizada por meio de difração de raio-X no Laboratório de Caracterização Estrutural da UFSCar, LCE. Os ensaios foram realizados em um difratômetro da marca Siemens modelo D5005, equipado com monocromador sob radiação $\text{Cu K}\alpha$, $\lambda = 1,542 \text{ \AA}$, ângulo de varredura 2θ de 10° a 80° e velocidade de varredura angular de $0,02^\circ/\text{segundo}$, Figura 3.16. A identificação das fases ocorreu com uma base de dados de acordo com os picos obtidos.



Figura 3.16 – Difratômetro Siemens D5005 do Laboratório de Caracterização Estrutural da UFScar.

O levantamento das curvas de tensão residual em relação à distância da superfície foi realizado em amostras submetidas ao polimento eletrolítico para avaliação de diferentes níveis de profundidade, visto que processos mecânicos poderiam alterar os valores reais de tensão residual na camada nitretadas. Um equipamento da marca Rigaku foi utilizado neste processo de polimento com corrente direta de 0,6 A. A solução eletrolítica empregada consistiu em 1,15 litros de água destilada, 600 ml de glicerina e 250 gramas de cloreto de amônia.

As medidas de tensão residual foram realizadas em um equipamento de tensometria por difração de raios-X Rigaku, modelo MSF-3M, Figura 3.17. O comprimento de onda da radiação utilizado foi Cr/K-alfa ($\lambda = 2,29093 \text{ \AA}$) com voltagem do tubo de raios-X de 30 kV e corrente de 10 mA. O intervalo de varredura foi de 140,0 a 170,0 ° e o plano de medida (211). Os ângulos Ψ foram 0°, 18,40°, 26,60°, 33,20°, 39,20° e 45,00°. O módulo de elasticidade utilizado pelo foi de 223,3GPa, coeficiente de Poisson de 0,28 e constante de tensão de -318,00 MPa/°.



Figura 3.17 - Difratorômetro Rigaku MSF-3M do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A.

3.10 Teste de usinabilidade

Uma das características importantes nos aços ferramenta é o comportamento do material durante a usinagem. A usinagem é uma das principais etapas na construção do ferramental e o desempenho deste processo está diretamente relacionado com o custo final da confecção das matrizes.

Os testes de usinabilidade em torneamento longitudinal foram conduzidos em torno Mazak Integrex J-300 com ferramenta DCLNL 2525M 12 e insertos CNMG 12 04 08-PM 4325, Figura 3.18. A distância total de torneamento foi de 190mm, velocidade de corte 250m/min, feed per revolution $F_n=0,3\text{mm/root}$, profundidade de corte $A_p=2\text{mm}$ e não foi utilizado fluido refrigerante. A velocidade de corte recomendada pelo fabricante é de 200m/min, porém decidiu-se utilizar 250m/min para reduzir a vida do inserto e acelerar o ensaio.



Figura 3.18 - Torno CNC MAZAK Integrex J-300 e ferramenta de corte utilizada.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização da matéria prima

4.1.1 Análise química das ligas

Os resultados da composição química dos aços ferramenta empregados neste trabalho são apresentados na Tabela 4.1. Podemos observar que o VH13 está aprovado conforme as faixas estabelecidas pela ASTM A-681 e NADCA. Em relação às normas atendidas, verifica-se que os limites estabelecidos pela NADCA são mais estreitos que pela ASTM.

Observa-se também que o Mn é o único elemento com teor objetivado praticamente similar nos dois aços. Conforme previsto anteriormente o VEX apresenta também C e Al mais altos em sua composição química.

Tabela 4.1 – Composição química (% em peso).

Liga	Elementos químicos						
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Al
VEX*	0.49	0.25	0.34	3.66	0.56	0.36	0.517
VH13**	0.38	1,09	0.32	5.17	1.27	0.84	0.026
ASTM A-681 AISI H13	0,32-0,45	0,80-1,25	0,20-0,60	4,80-5,50	1,10-1,75	0,80-1,20	-
NADCA grade A e B	0,37-0,42	0,80-1,20	0,20-0,50	5,00-5,50	1,20-1,75	0,80-1,20	-

*sem similaridades ** similaridades AISI H13, NADCA grade A e B, DIN W.Nr.1.2344

4.1.2 Microestrutura

A análise metalográfica de ambos os materiais, na condição de recozimento subcrítico, classificou a microestrutura na direção longitudinal como carbonetos esferoidizados dispersos homogeneamente em matriz ferrítica. O exame foi

realizado com 500x de aumento via microscopia ótica. A comparação com os quadros da NADCA aprovou os dois materiais e classificou o VEX como AS5 e o VH13 como AS9 no núcleo das barras. A classificação pelo órgão americano é binária, aprovada ou reprovada, portanto os valores obtidos, AS5 e AS9, não apresentam nenhuma diferenciação. As micrografias são apresentadas na Figura 4.1 e Figura 4.2.

O nível de microsegração na superfície, meio raio e núcleo das barras também foi avaliado com aumento de 50x, Figura 4.3. Por meio da diferença do ataque químico entre as regiões mais claras e mais escuras foi realizada a comparação com os quadros da NADCA. Os materiais foram considerados aprovados em todas as regiões. O baixo nível de microsegração se deve ao fato dos materiais passarem por um longo ciclo de tratamento térmico de homogeneização realizado nos lingotes. As regiões mais saturadas com elementos de liga se tornam mais escuras após o ataque químico. Em materiais com alto nível de microsegração, considerado reprovado pelas cartas da NADCA, é possível encontrar a presença de carbonetos primários ricos em vanádio do tipo MC, porém não foram observados nos aços avaliados. Estes carbonetos primários, extremamente duros, atuam como concentradores de tensão e reduzem a tenacidade dos aços ferramenta para trabalho a quente. Os resultados do ensaio de impacto charpy-V comprovam a qualidade microestrutural dos materiais empregados neste trabalho.

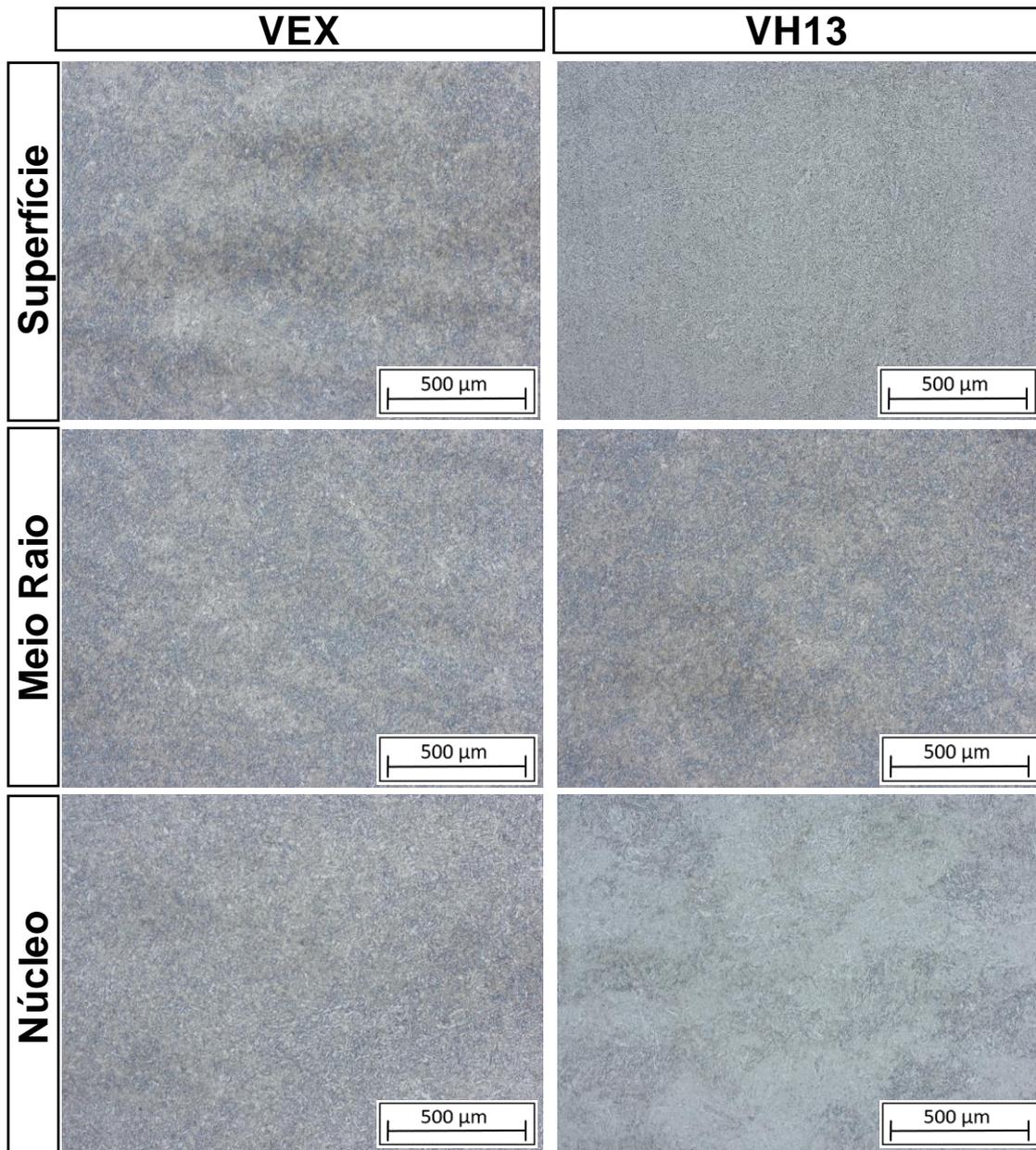


Figura 4.1 – Microestruturas do VEX e VH13 Posição: Superfície, Meio Raio e Núcleo; Ataque: Nital 4%; Aumento: 50x.

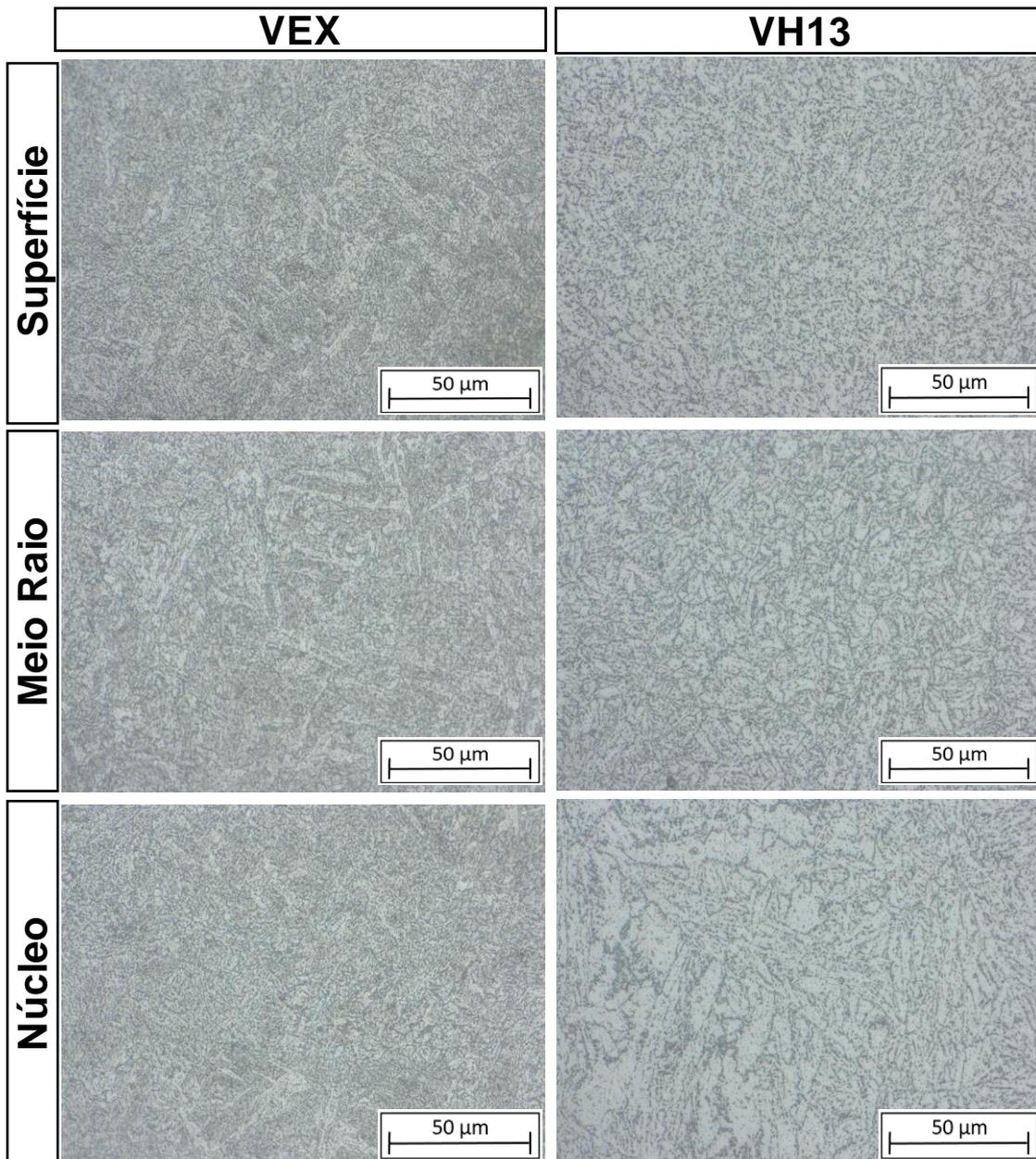


Figura 4.2 – Microestruturas do VEX e VH13 Posição: Superfície, Meio Raio e Núcleo; Ataque: Nital 4%; Aumento: 500x.

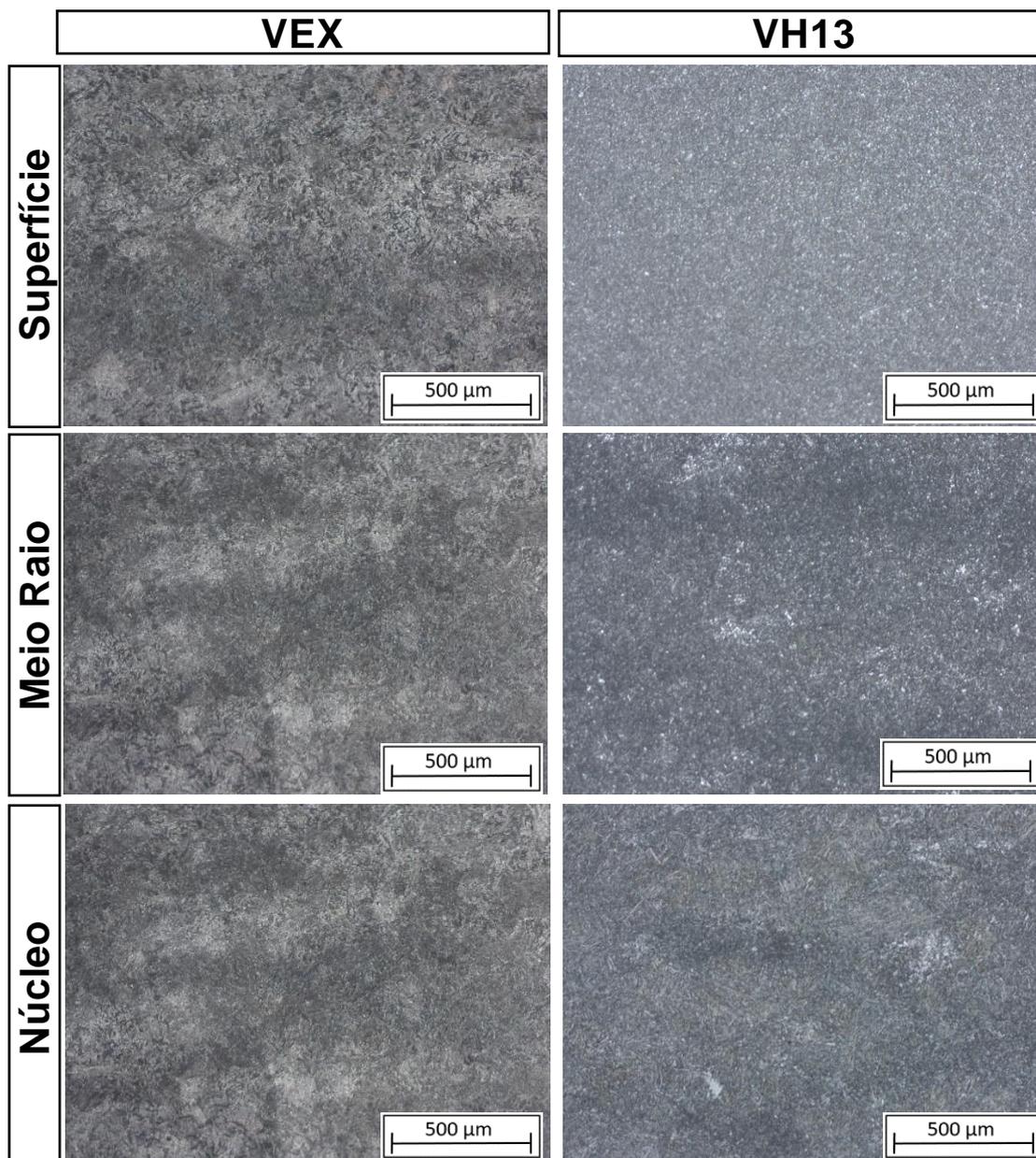


Figura 4.3 – Microestruturas do VEX e VH13 com ataque químico para contrastes das regiões microsegregadas. Posição: Superfície, Meio Raio e Núcleo; Ataque: Nital 4%; Aumento: 50x.

O tamanho de grão foi realizado conforme estabelecido pela NADCA e método de têmpera direta da ASTM E112. Os corpos de prova foram austenitizados por 30 minutos a 1020 °C seguido por resfriamento moderado a 590 °C. O resultado de tamanho de grão obtido, após ataque metalográfico com reagente Villela, foi 7 ASTM para o VEX e 8 ASTM para o VH13, apresentado na Figura 4.4. O limite inferior estabelecido pela NADCA é 7 ASTM.

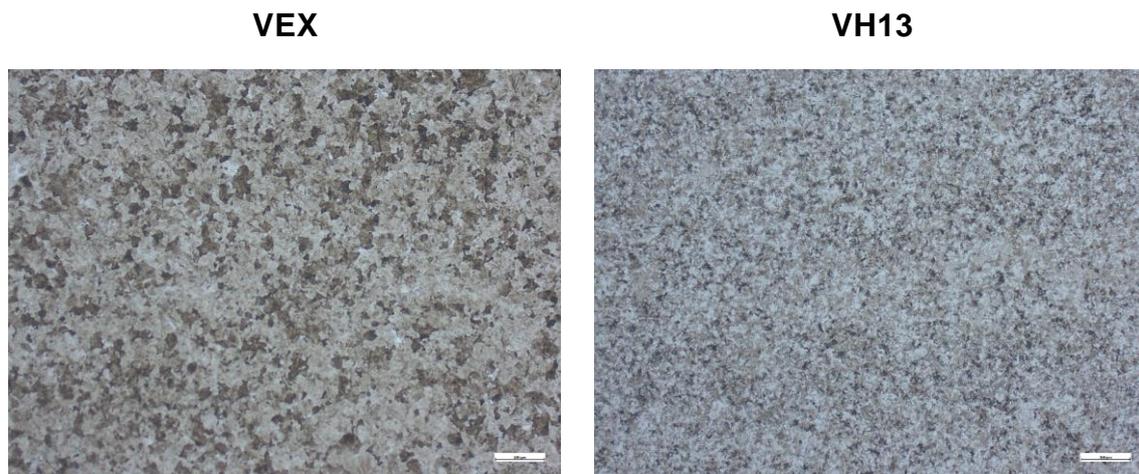


Figura 4.4 – Tamanho de grão obtido para o VEX e VH13 conforme NADCA.
Ataque: Villela; Aumento: 100x.

Mesmo considerado aprovado, o tamanho de grão obtido para o VEX foi ligeiramente maior que no VH13. O efeito da formação de nitretos de alumínio na matriz para ancoramento dos grãos não foi avaliado por não ser o objetivo deste trabalho. Porém, a literatura sugere que teores acima de 0,1% de Al podem inibir o ancoramento dos grãos devido ao tamanho dos precipitados formados. Neste caso deve-se avaliar também a concentração de N para a formação de nitretos, caso contrário o Al estará em solução sólida. [27]

Ambos os materiais foram inspecionados por meio de ultrassom com o objetivo de garantir a sanidade interna de acordo com a ASTM A388 e E114. Os resultados obtidos garantiram que os materiais estavam isentos de defeitos internos como porosidade, macroinclusões e segregação severa.

4.1.3 Microinclusões

O nível de microinclusões encontrado no pior campo de cada amostra, determinado de acordo com a ASTM E45 método A, é apresentado nas Tabelas 4.2 e 4.3. O VEX apresenta mais óxidos globulares e aluminetos série fina que o VH13 devido a seu balanço químico com aproximadamente 0,50% de alumínio.

Tabela 4.2 – Nível de microinclusões do VH13 conforme ASTM E45 método A

Microinclusões	F (série fina)	G (série grossa)
A (sulfetos)	0	0
B (aluminetos)	1,0	0
C (silicatos)	0	0
D (óxidos globulares)	1,5	0

Tabela 4.3 – Nível de microinclusões do VEX conforme ASTM E45 método A

Microinclusões	F (série fina)	G (série grossa)
A (sulfetos)	0	0
B (aluminetos)	2	0
C (silicatos)	0	0
D (óxidos globulares)	3,0	0

4.1.4 Dureza Brinell

A dureza Brinell dos materiais na condição de fornecimento, recozido, foi realizada e é apresentada na Figura 4.5. Observa-se que o VEX apresenta dureza relativamente menor que o VH13, condição favorável para usinagem das

matrizes. O limite máximo estabelecido pela NADCA é 235HBW, ou seja, os dois materiais atenderam este requisito.

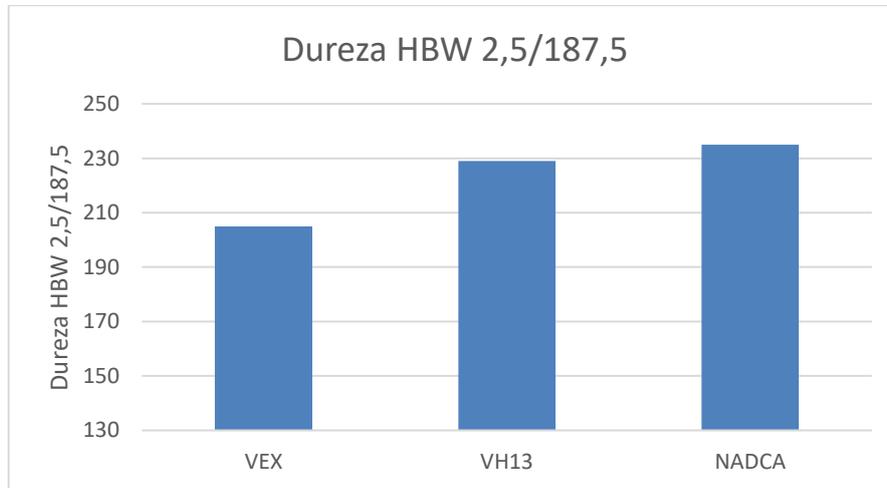


Figura 4.5 – Dureza dos materiais recozidos.

4.1.5 Resposta à têmpera

A avaliação de resposta a têmpera ocorreu após autenitização a 1020° por 30 minutos seguida por resfriamento em óleo. O VEX apresentou dureza de 59 HRC e o VH13 54HRC, conforme Figura 4.6. Mesmo com teor de elementos de liga maior que o VEX, o aço VH13 apresentou dureza 5 HRC inferior após a têmpera.

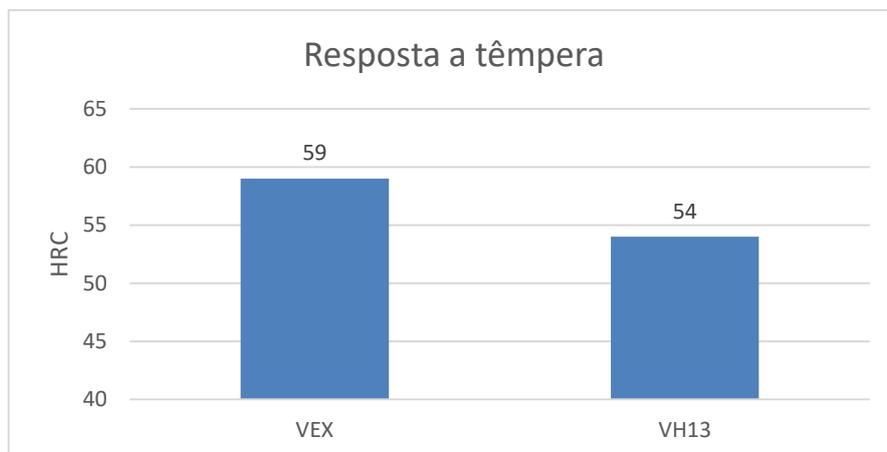


Figura 4.6 – Dureza dos materiais após de têmpera em óleo.

O carbono tem grande influência na dureza da martensita e na temperabilidade dos aços e o aumento de 0,40% para 0,50%, em peso, justifica a dureza muito maior encontrada no VEX. [18]

4.1.6 Ensaio de impacto

Foram retiradas 5 amostras de ensaio de impacto Charpy-V do núcleo das barras na direção transversal com entalhe no sentido longitudinal, conforme ASTM A370. Os corpos de prova foram temperados e revenidos para 44-46HRC. A média dos resultados é apresentada na Figura 4.7. O VEX apresentou energia absorvida ligeiramente menor que o VH13, porém todos os corpos de prova absorveram energia aproximadamente 50% acima do mínimo especificado pela NADCA.

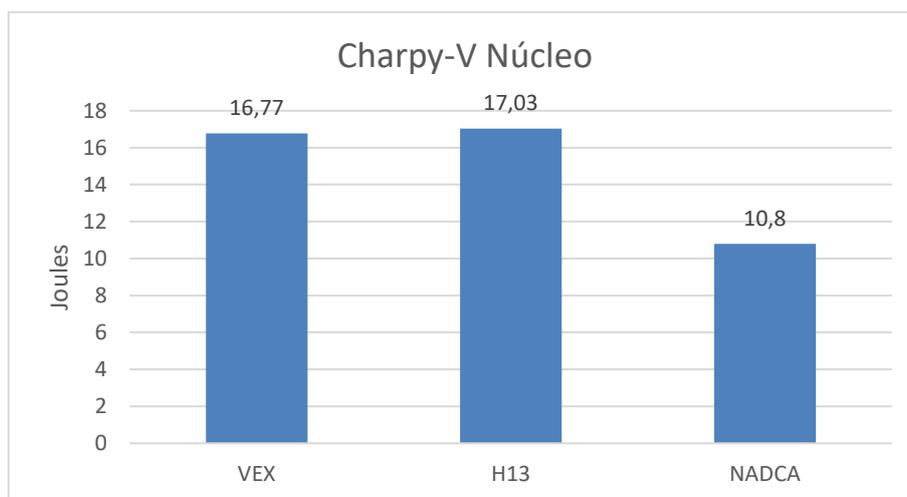


Figura 4.7 – Resultado do ensaio de impacto da amostras temperadas e revenidas conforme NADCA.

4.1.7 Dilatometria

Foram realizadas as curvas TRC dos aços avaliados, apresentadas nas Figuras 4.8, 4.9 e 4.10. Para construção das curvas TRC, foram determinadas as temperaturas Ac1, Ac3, Mi, Mf, Bi, Bf, Pi e Pf.

Foi determinado que as temperaturas Ac1 e Ac3 são relativamente mais baixas no VEX que no VH13. O Cr, Si, Mo e o V são elementos do tipo estabilizadores da ferrita, e devido ao teor desses elementos mais elevado no VH13, este sofre uma restrição no campo austenítico e conseqüentemente o campo ferrítico é expandido. Dessa forma a temperatura eutetóide aumenta. Outro elemento que influenciou a temperatura Ac3 mais baixa no VEX foi o carbono. O aumento de 0,10% no teor de C também atuou nesta redução da temperatura de transformação. [18,20]

Existe pouca informação na literatura em relação ao efeito do Al na cinética de transformação. Porém é bem conhecido o efeito que o Al, assim como o Si, na redução da temperatura de transformação da austenita para a bainita. A literatura sugere também que adições de Al acima de 1% em peso, podem aumentar a temperatura de austenitização Ac3, porém verifica-se que o efeito da redução do teor de Cr é mais acentuado na redução da temperatura Ac3. A literatura mostra também que a temperatura AC1 não foi alterada pela adição de Al. [27]

A literatura também sugere que adições de Al acima de 0,5% em peso, atuam como elemento ferritizante. Palizdar (2011) afirma que para uma mesma taxa de resfriamento, adições abaixo de 0,2% de Al em peso proporcionaram formação de ferrita e perlita, enquanto adições acima de 1% proporcionaram a formação de perlita e martensita. [27]

O Mn é um elemento estabilizador da austenita, porém como o teor teórico de Mn nos dois aços ferramenta é o mesmo, seu efeito não é relevante nas diferenças observadas.

A temperatura de transformação martensítica, Mi, no VEX é menor que no VH13. Com exceção do Al, todos os outros elementos de liga abaixam Mi quando dissolvidos na austenita, porém a concentração total de elementos de liga é

menor no VEX. A explicação deste fato está relacionada com o efeito muito maior que o C tem em relação aos outros elementos, como pode ser observado na relação empírica de Andrews. [42]

Ao contrário do que acontece na transformação martensítica, a temperatura de início da transformação bainítica é maior para o VEX que para o VH13. Assim como na temperatura de transformação M_i , o carbono tem influência na temperatura de início de transformação bainítica, porém seu efeito em relação aos outros elementos já não é tão discrepante. Neste caso, tanto o Mo quanto o Cr também influenciam de forma relevante. Quando calculado de forma teórica, é possível observar o efeito dos teores de Cr e Mo mais elevados na redução da temperatura B_i do VH13 em relação ao VEX. [42]

A formação de perlita no VEX somente ocorreu para taxas de resfriamento inferiores a $0,2^\circ\text{C/s}$ e para o VH13 $0,1^\circ\text{C/s}$. O VEX apresenta teor de cromo e molibdênio inferior ao VH13, o que poderia implicar na redução da temperabilidade, porém, para se evitar tal problema, o teor de carbono neste material foi aumentado de modo a manter tais propriedades. O aumento do teor de manganês torna-se inviável para manter a temperabilidade, pois o material poderia apresentar propriedades mecânicas inferiores devido a problemas de segregação e austenita retida. [18,20,21]

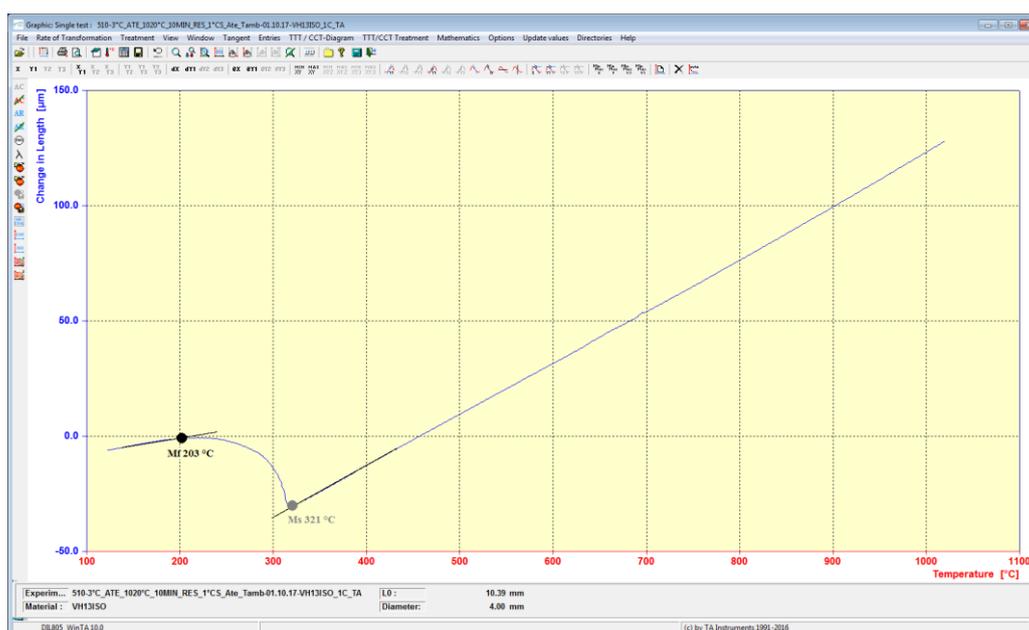


Figura 4.8 –Software utilizado no dilatômetro DIL 805^a/D para geração das curvas TTT.

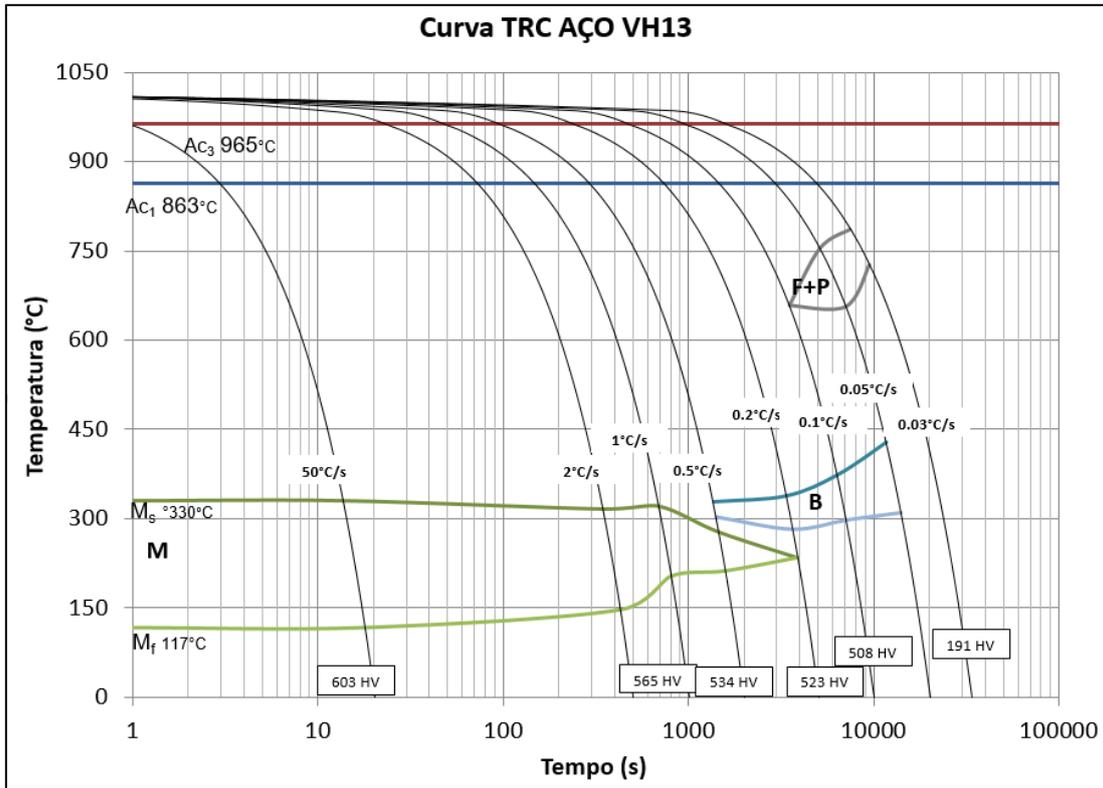


Figura 4.9 – Curva TRC do VH13.

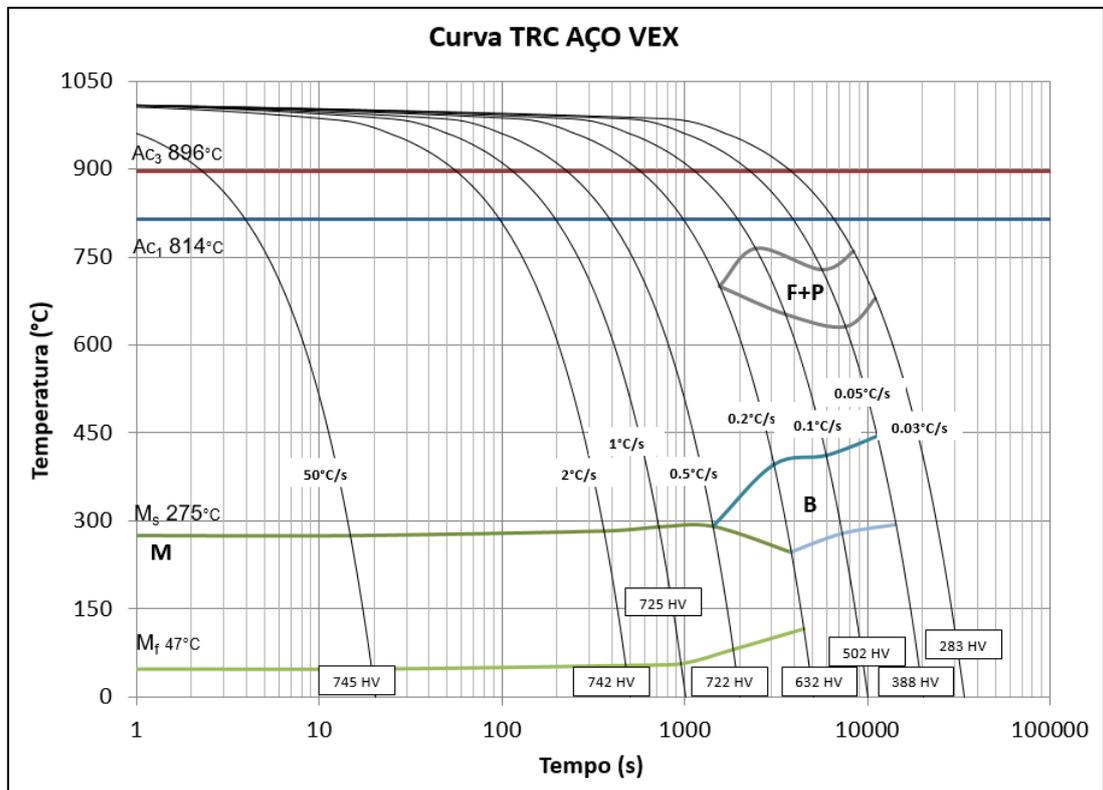


Figura 4.10 – Curva TRC do VEX.

4.1.8 Teste de usinabilidade

Os resultados dos testes de usinabilidade mostraram que o desempenho dos insertos de usinagem foi bastante similar para os dois materiais, porém com vida útil um pouco mais longa para o VEX, Figura 4.11. O inserto que usinou o VEX teve vida útil de 19 minutos e 40 segundos e o inserto utilizado na usinagem do VH13 durou 17 minutos e 30 segundos. Ambos os materiais apresentaram boa quebra de cavaco.

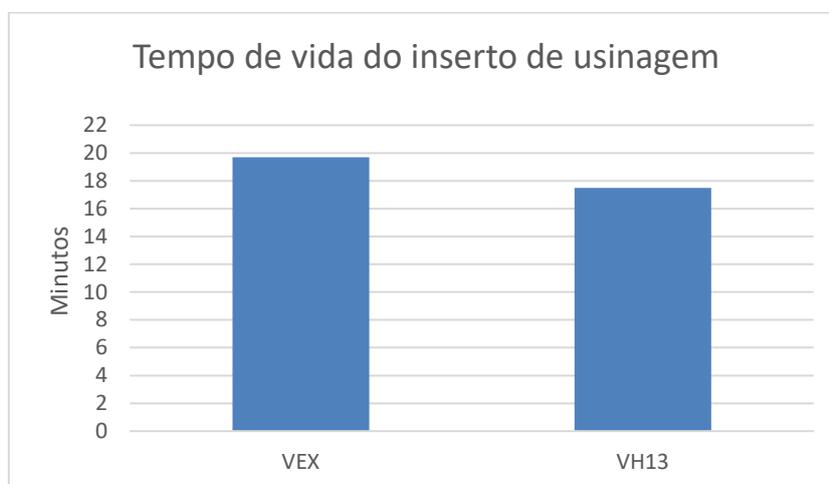


Figura 4.11 – Desempenho dos insertos no teste de usinabilidade.

O teor de inclusões não afetou a usinabilidade. É muito conhecido na literatura que inclusões dúcteis de sulfetos de manganês, tipo MnS, melhoram a usinabilidade dos aços devido ao fato de facilitar a quebra de cavacos e melhorar a lubrificação na zona de cisalhamento com a ferramenta, Figura 4.12. Porém em ambos os casos não foram identificadas inclusões de MnS que pudessem favorecer ou justificar os resultados. Tampouco o nível de inclusões duras, como os aluminetos, proporcionou diferenças significativas no desgaste abrasivo dos insertos. Os aluminetos e óxidos globulares presentes nos dois aços ferramenta avaliados foram classificados como série fina e possuem espessuras e diâmetros inferiores a $4\mu\text{m}$. Um fator que deve ser levado em consideração e possivelmente favoreceu o desempenho ligeiramente superior do VEX em relação ao VH13, foi a dureza mais baixa após o recozimento subcrítico.

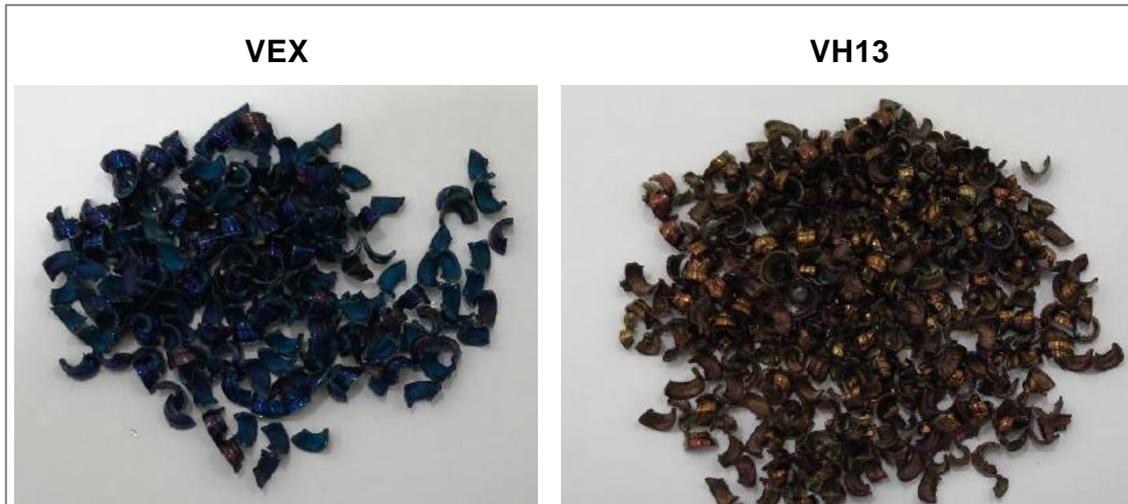


Figura 4.12 – Cavacos removidos durante teste de usinabilidade.

4.2 Amostras nitretadas

4.2.1 Múltiplas nitretações a gás

4.2.1.1 Metalografia

As amostras submetidas a nitretações gasosas sequenciais foram caracterizadas por meio de microscopia ótica e são apresentadas na Figura 4.13.

Em todas as amostras é possível observar a influência do tempo de nitretação na profundidade da camada nitretada. A medida que o número de nitretações, ou tempo de nitretação aumenta, a profundidade da camada também aumenta. Em todas as amostras a profundidade da camada nitretada observada no VEX foi maior que no VH13.

A camada branca, ou de compostos, foi observada desde o primeiro ciclo de nitretação e à medida que o número de ciclos aumentou a espessura da camada de compostos, assim como a zona de difusão, também aumentou.

Após 3 nitretações é possível observar o surgimento de nitretos em contornos de grão nos dois materiais. A formação de nitretos em contornos de grão ocorre devido a velocidade de difusão maior nos contornos que na rede cristalina do interior do grão. A formação de nitretos em contornos de grão ocorreu preferencialmente nas arestas das amostras devido a difusão de

nitrogênio em duas frentes perpendiculares que se encontram, aumentando então a concentração de nitrogênio nestas regiões.

Nas amostras nitretadas onze vezes consecutivas, é possível observar uma camada cinza logo acima da camada branca. Constatou-se então que quanto maior o tempo de nitretação, maior será a camada de óxidos observada. Acredita-se que o efeito dos óxidos formados na camada devido a re-nitretação não tem influência no desempenho das matrizes de extrusão devido ao atrito gerado no processo com o alumínio que removerá completamente esta camada.

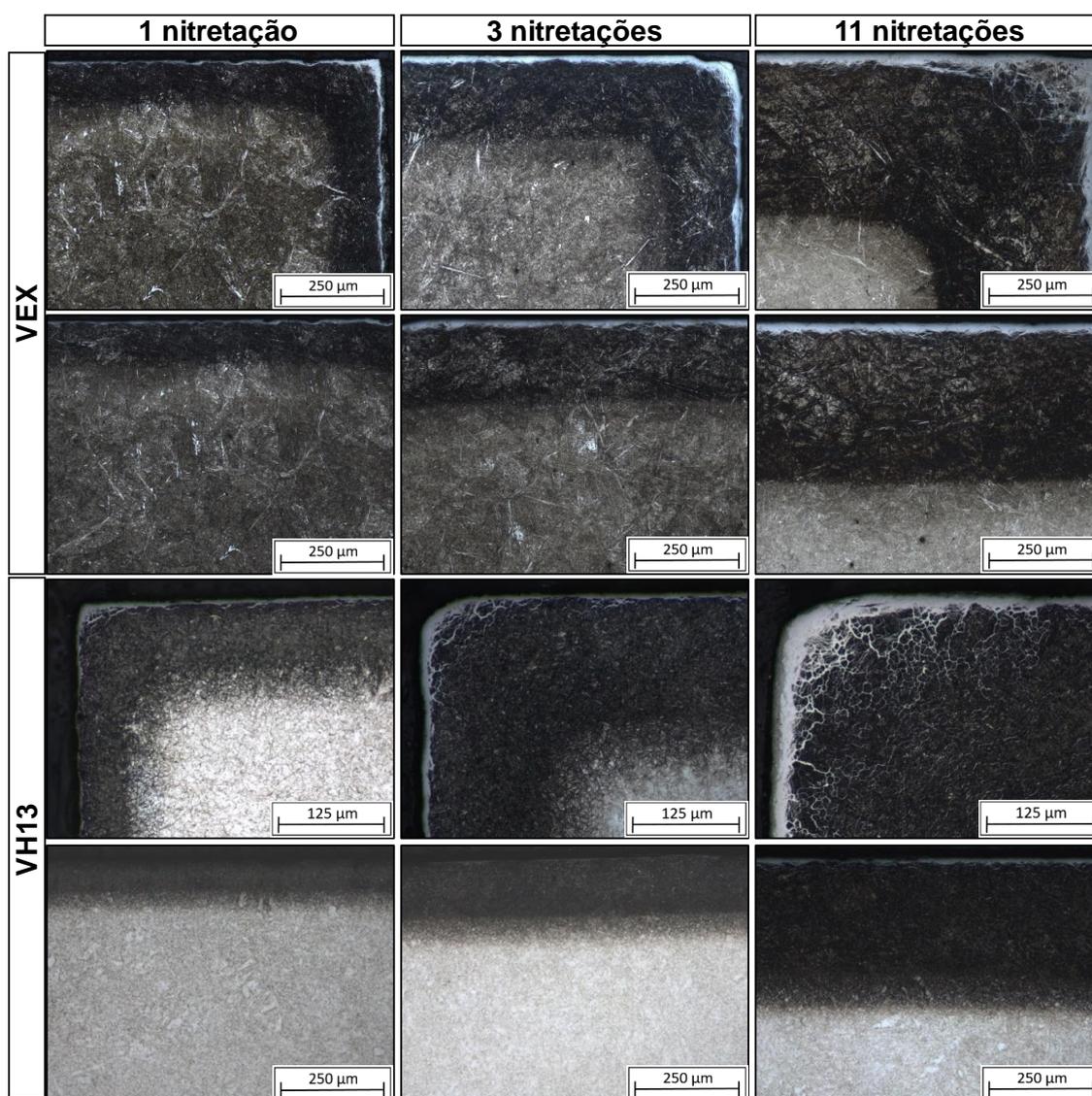


Figura 4.13 – Amostras sequencialmente nitretadas a gás.

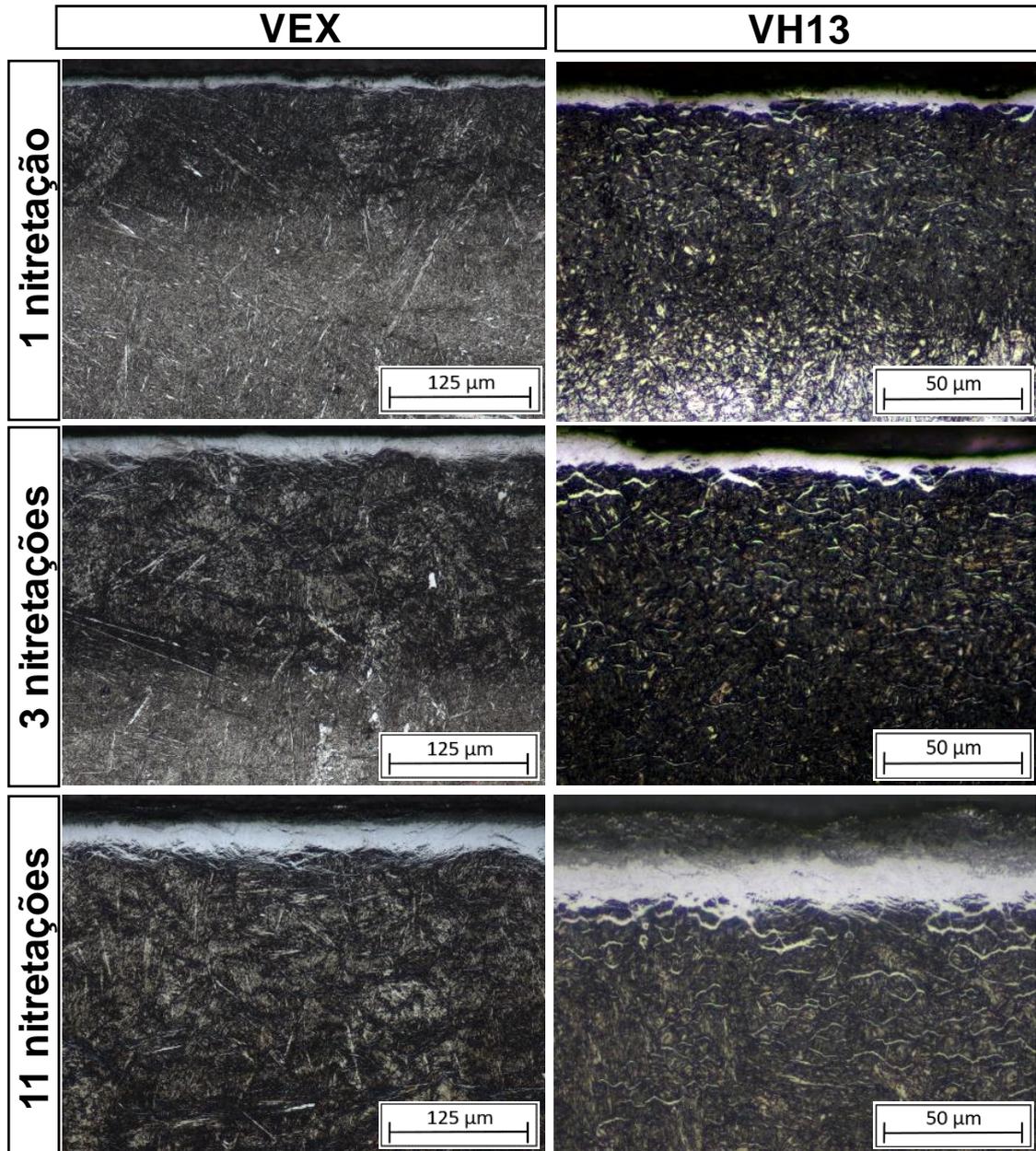


Figura 4.14 – Formação de nitretos em contornos de grão das amostras submetidas a múltiplas nitretações.

4.2.1.2 Perfil de microdureza e concentração de nitrogênio

Conforme observado nas amostras metalográficas, o ensaio de microdureza comprovou que a profundidade da camada nitretadas, em todas as condições, é mais profunda no VEX. O gráfico das Figura 4.15 e Figura 4.16, mostra a diferença de profundidade da camada nitretada nos dois materiais em função do número de nitretações.

A maior profundidade da camada nitretada no VEX é explicada pelo teor de elementos de liga reduzido, principalmente pelo baixo teor de silício conforme avaliado por Schneider, et. al. (2007). Os teores de alumínio e o carbono mais altos tendem a reduzir a profundidade, porém o efeito da redução dos teores de Si, Cr e Mo se torna muito mais pronunciado e a profundidade da camada nitretada aumenta. [43]

Com um único ciclo de nitretação de 6 horas, o VEX apresentou 1211HV enquanto o VH13 apresentou 1027HV. A dureza mais alta é explicada pela formação de nitretos de alumínio, mesmo com o teor de cromo mais baixo. A literatura afirma que os nitretos de alumínio são muito mais duros que os nitretos de ferro e cromo do tipo CrN.

O perfil qualitativo de concentração de nitrogênio em função da distância da superfície, medido por EDS em modo linescan, mostra que a microdureza acompanha o perfil de difusão de nitrogênio que diminui até o atingir um patamar, que no caso é a dureza e composição química do substrato. Observa-se também que a concentração do nitrogênio na camada de compostos aumenta em função do tempo de nitretação. O perfil qualitativo de concentração de nitrogênio via WDS em modo linescan não forneceu dados coerentes e por esse motivo esta técnica não foi utilizada.

Mesmo com o aumento da concentração de nitrogênio próximo à superfície, a dureza dos dois materiais diminuiu com o aumento do tempo de nitretação. Esse fato pode estar relacionado a um possível coalescimento dos nitretos com o aumento da concentração de nitrogênio. [44]

A concentração de nitrogênio medida via EDS ponto a ponto foi plotada em um gráfico em função da distância da superfície e é apresentada na Figura

4.17. Após um ciclo e três ciclos de nitretação, a concentração de nitrogênio no VEX se mostrou maior que no VH13, tanto na camada branca quanto na zona de difusão.

Ginter, et. al. (2005) mostrou que para um aço com 1,7%Cr e 0,94%Al apresentou 2,6% de N em peso na zona de difusão, enquanto para o mesmo ciclo de nitretação um aço com 3%Cr, 0,8%Mo e alumínio residual apresentou 1,3% de N em peso na zona de difusão. Esta diferença na concentração superficial de nitrogênio foi explicada via simulação termodinâmica e posteriormente por HRTEM e ES. O alumínio permitiu um aumento muito grande na concentração de nitrogênio na zona de difusão e conseqüentemente também aumentou a dureza superficial. Assim como observado por Ginter, et al. (2005) a concentração de N na zona de difusão do VEX é explicada pela adição de alumínio, mesmo com um teor de Cr reduzido. Acredita-se também que a maior dureza superficial do VEX pode ser explicada não só pela estabilidade dos nitretos de alumínio, mas também pela maior concentração de nitrogênio e pelo maior volume de nitretos que no VH13. [45]

Após 11 nitretações, a concentração de nitrogênio na superfície dos dois materiais ficou muito próxima.

Também é possível observar, após as 11 nitretações, o efeito do revenimento na queda da dureza do substrato devido a temperatura empregada nos ciclos de nitretação. No VH13 a dureza do núcleo das amostras, na região onde não houve difusão de nitrogênio, teve uma queda de 490HV para 396HV. No VEX esta queda de dureza devido ao revenimento da matriz durante as nitretações foi de 502HV para 450HV. Enquanto o VH13 teve uma queda total de dureza de 94HV o VEX teve uma queda de apenas 52HV.

Um ponto importante que deve ser ressaltado é a resistência ao revenimento, que neste caso foi causada pelo processo de nitretação, tanto no VEX e quanto no VH13. O aço ferramenta deve apresentar alta resistência mecânica para evitar deformações excessivas, devido as tensões envolvidas na extrusão de alumínio, e suportar a camada nitretada. A queda na dureza do VH13 implica na queda da resistência mecânica, e dessa forma no deslocamento da camada nitretada e como conseqüência o desgaste da

superfície das matrizes se tornará mais acentuado. A influência do revenimento devido a temperatura atingida na superfície da matriz durante a extrusão também deve ser levada em consideração.

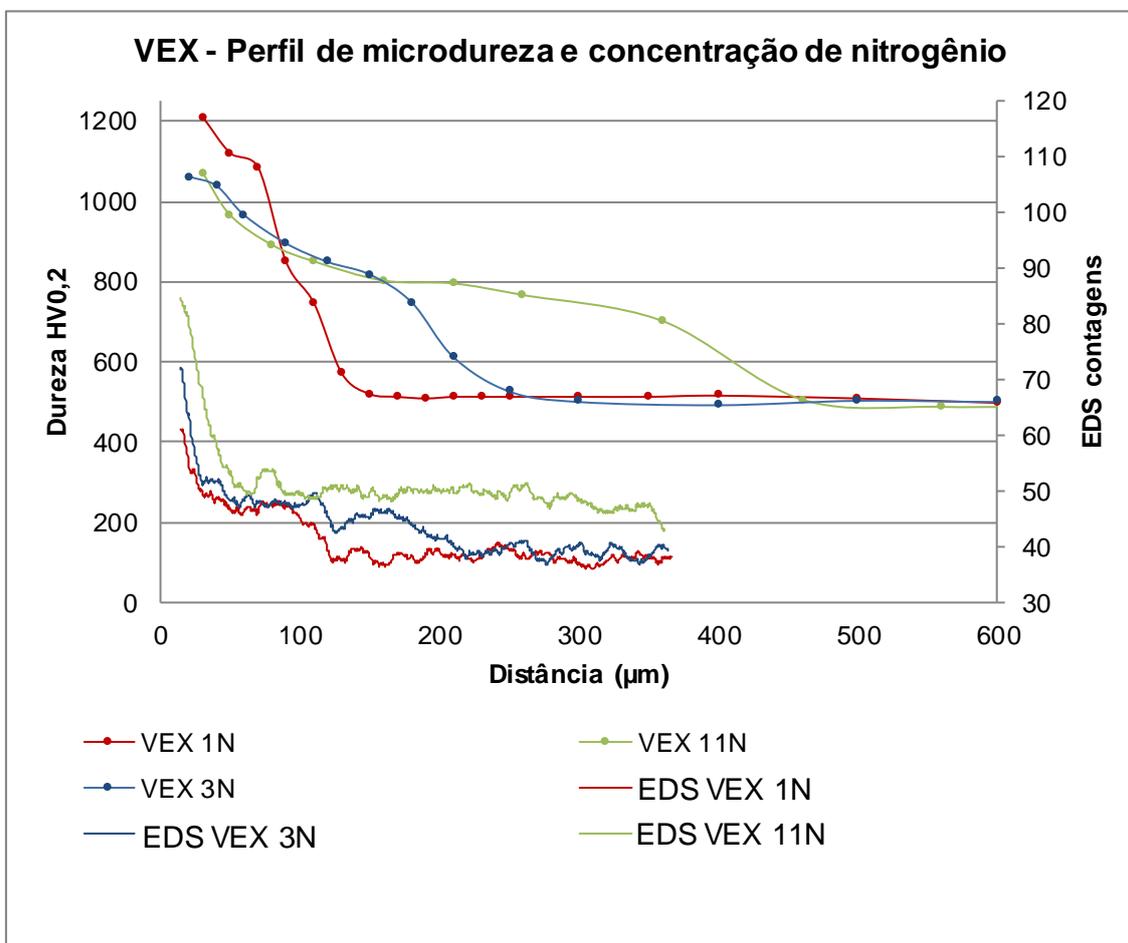


Figura 4.15 – Perfil de microdureza e concentração de nitrogênio das amostras nitretadas sequencialmente.

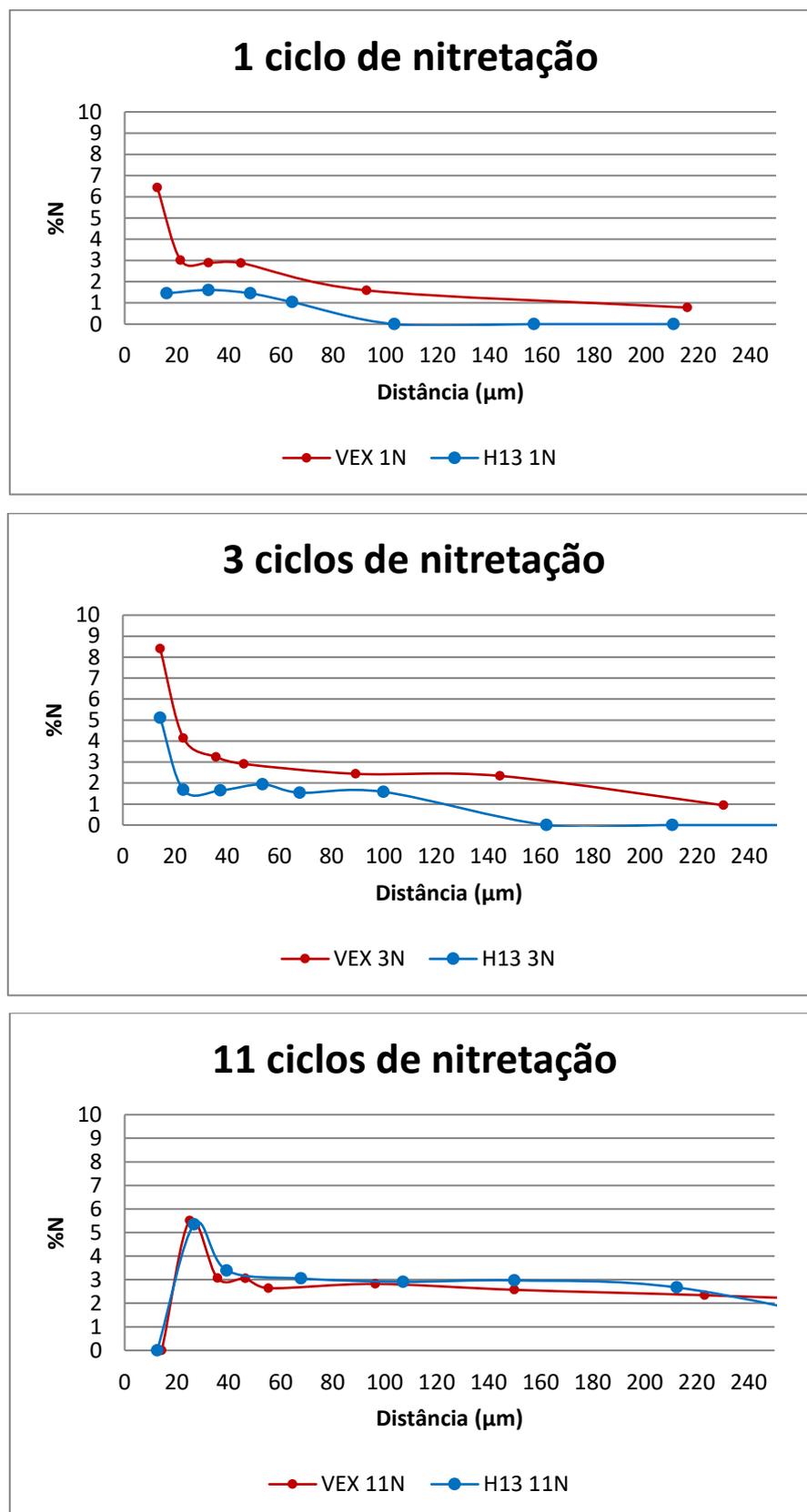


Figura 4.17 – Concentração de nitrogênio nas camadas nitretadas (% em peso).

4.2.1.3 Difração de raios-X

Os difratogramas obtidos para as amostras nitretadas a gás 1, 3 e 11 vezes são apresentados nas Figuras 4.18, 4.19 e 4.20. As principais fases observadas nos dois materiais são ϵ -Fe₃N, CrN e FeO. Os nitretos Fe₃N indicam a formação da camada branca em todas as amostras, conforme observado nas micrografias. É possível observar que o tamanho de todos os picos aumenta com o tempo de nitretação. Os nitretos de cromo observados são do tipo CrN, provavelmente os Cr₂N metaestáveis foram decompostos dando origem aos CrN. [46]

O efeito das múltiplas nitretações nos aços estudados mostrou que o aumento do número de ciclos levou a um aparecimento e aumento de óxidos na superfície. O nitreto de alumínio não foi identificado por meio da técnica de difração de raios-X em função da baixa concentração deste elemento de liga no VEX e dos limites de detecção do equipamento.

Mesmo com o teor de cromo reduzido, foi detectado um pico óxido de cromo apenas no VEX, no qual os nitretos formados são principalmente de alumínio. Possivelmente o cromo em solução na matriz fica disponível para a formação deste tipo de óxido. Tal fato não ocorreu no VH13, no qual apenas verificou-se a formação de óxido de ferro. Acredita-se que os nitretos de cromo formados no VH13 são mais estáveis que o cromo em solução na matriz do VEX e este elemento não se ligaria ao oxigênio para a formação de óxidos.

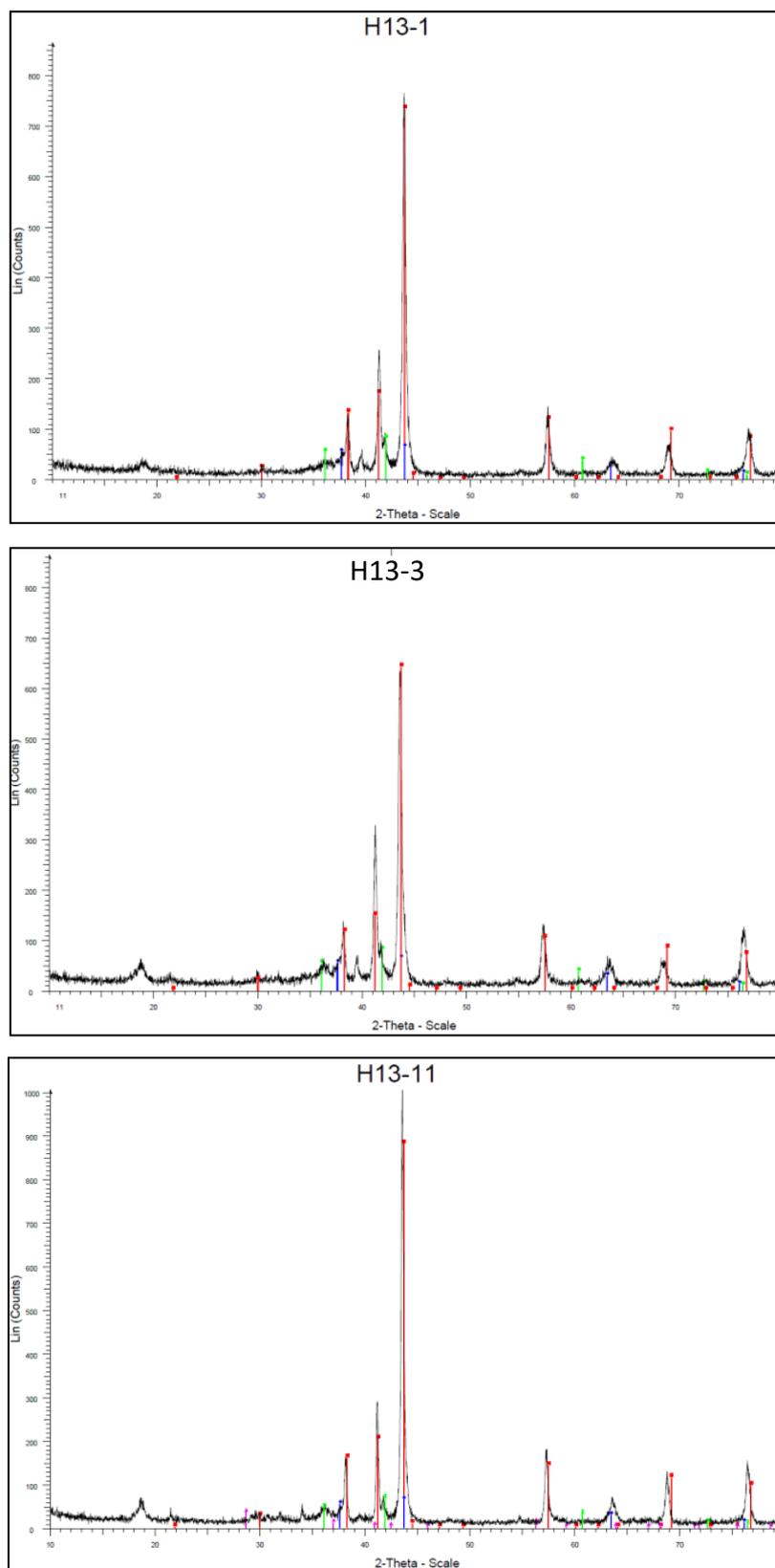


Figura 4.18 – Difratomogramas das amostras de VH13 submetidas a 1, 3 e 11 ciclos de nitretação.

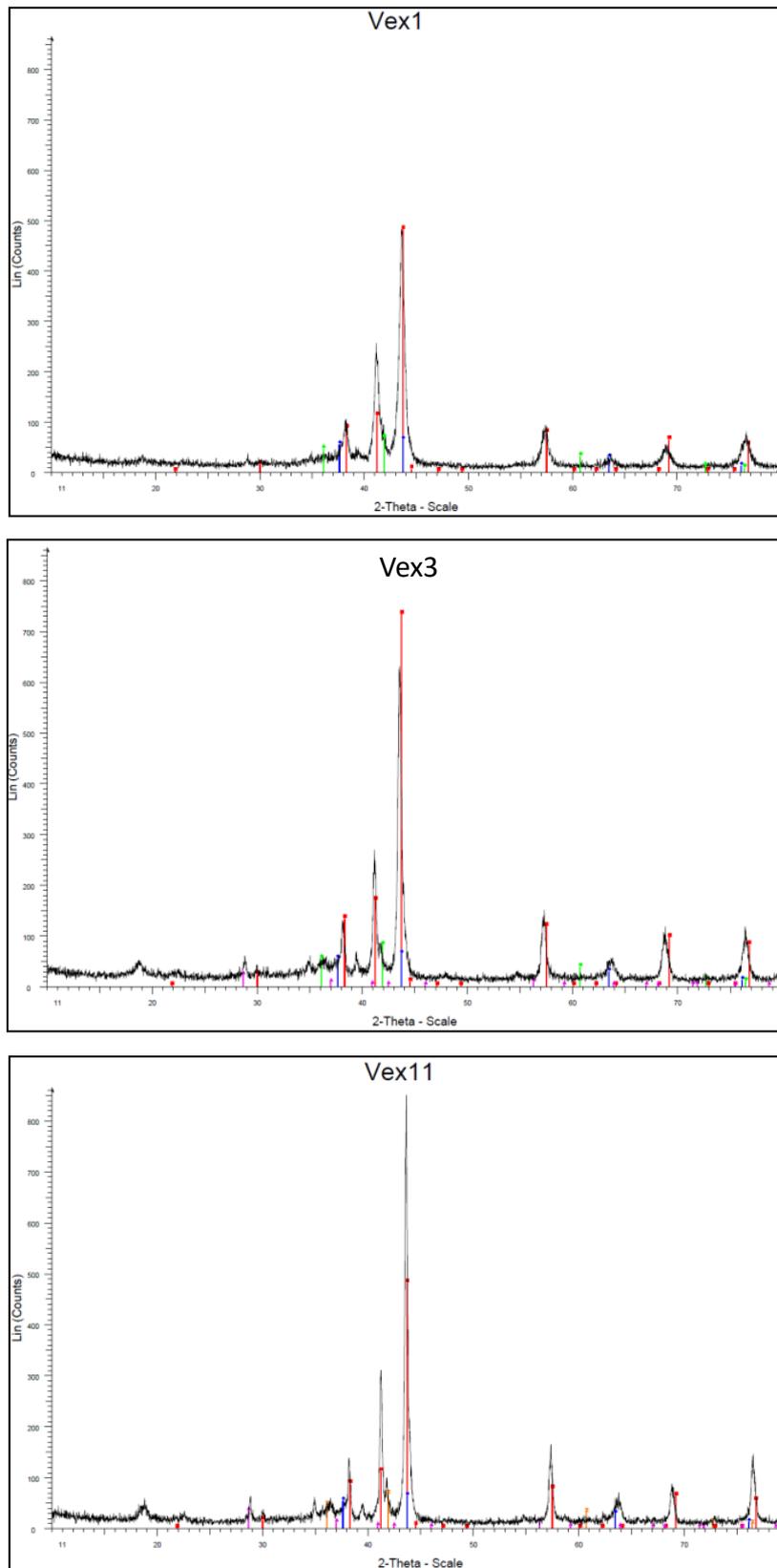


Figura 4.19 – Difratomogramas das amostras de VH13 submetidas a 1, 3 e 11 ciclos de nitração.

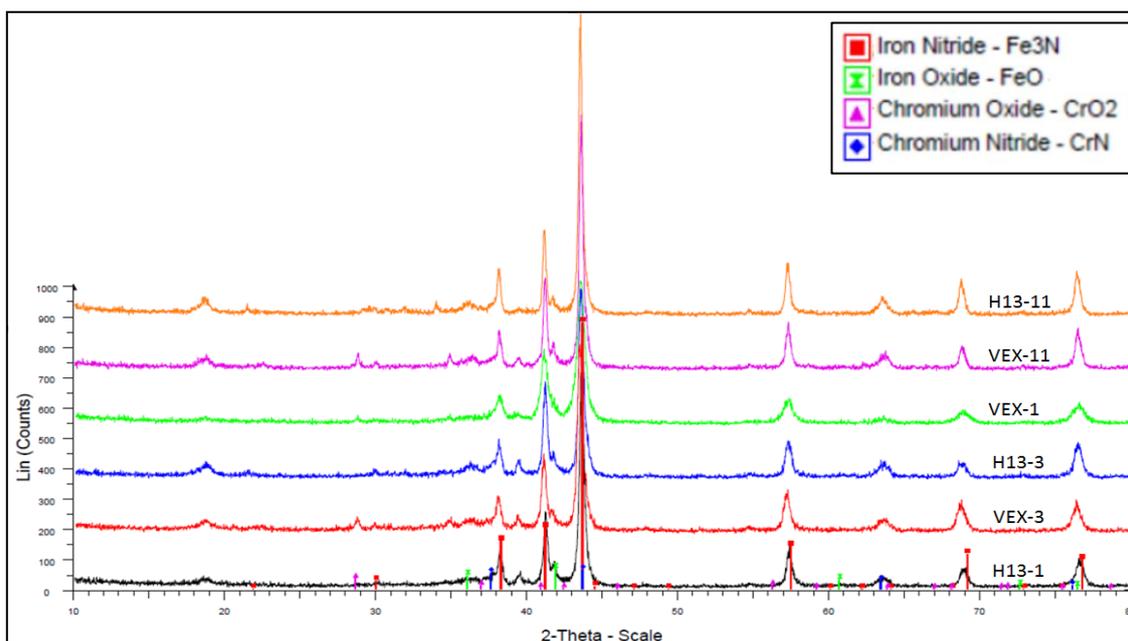


Figura 4.20 – Difractogramas das amostras nitretadas de VEX e VH13.

4.2.2 Nitretação a plasma

4.2.2.1 Metalografia e perfil de microdureza

As micrografias dos materiais nitretados a plasma por 6 horas e 520 °C mostram um gradiente de concentração de nitrogênio e não evidenciam a presença de camada branca em ambos os materiais, apresentadas na Figura 2.21.

Ambos os materiais nitretados a plasma apresentam uma diferença de dureza pequena em relação aos materiais nitretados a gás pelo mesmo período, temperatura e composição da atmosfera. Nos dois casos o VEX apresentou dureza entre 100 e 200 HV superior em relação ao VH13.

A profundidade da camada das amostras nitretadas a plasma foi nitidamente maior para os dois materiais, conforme previsto pela literatura, apresentadas nas Figuras 4.22 e 4.23.

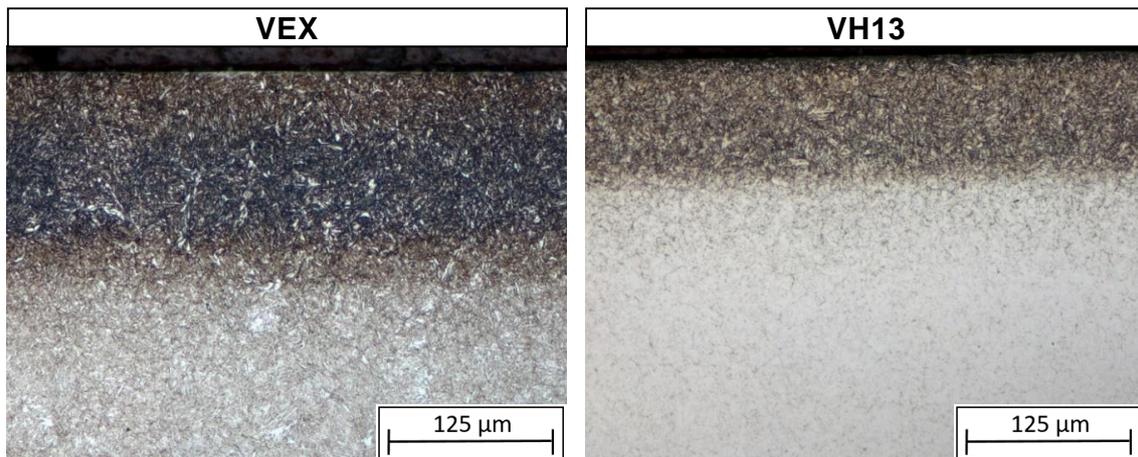


Figura 4.21 – Camada nitretada a plasma VEX e VH13 200x.

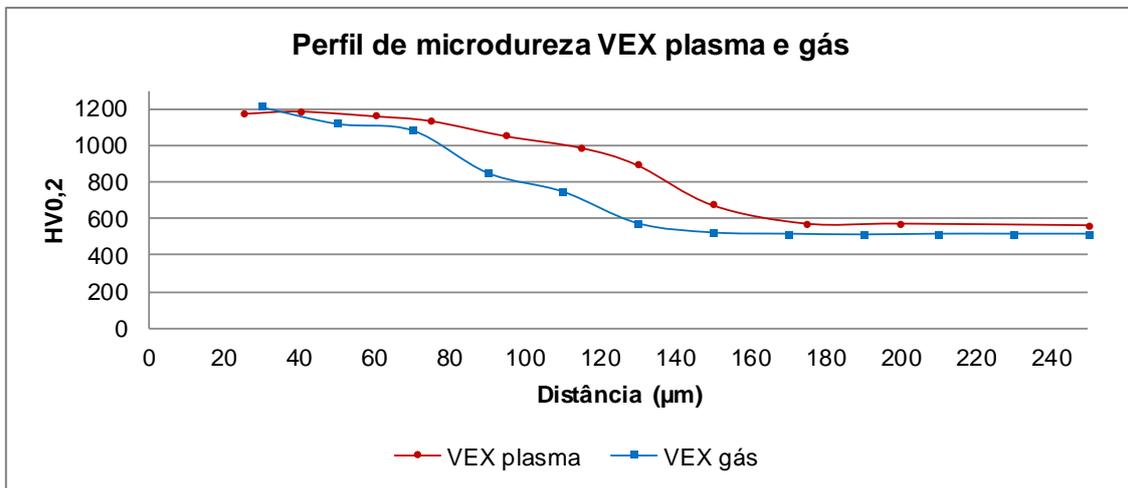


Figura 4.22 – Diferença no perfil de microdureza das amostras de VEX nitretadas a plasma e a gás.

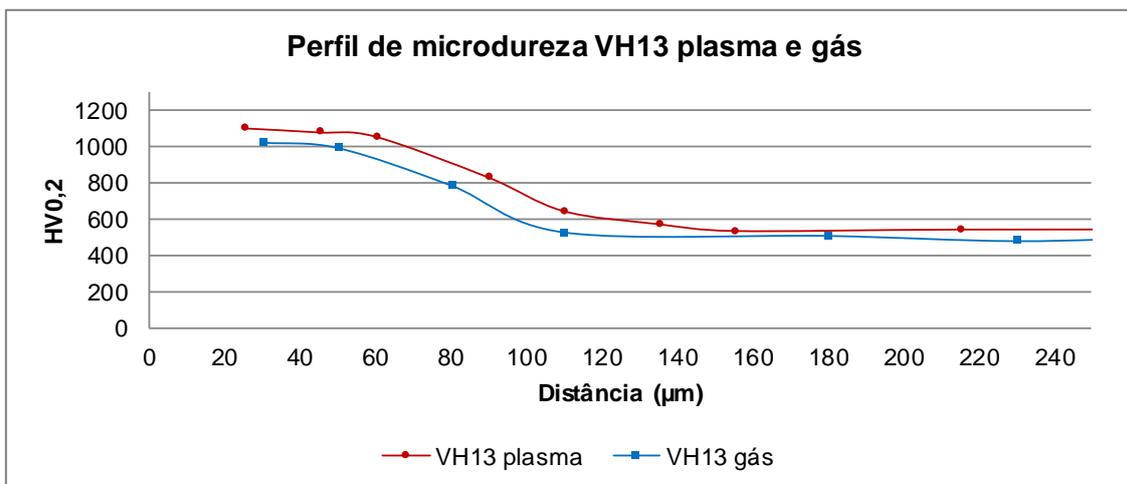


Figura 4.23 – Diferença no perfil de microdureza das amostras de VH13 nitretadas a plasma e a gás.

4.2.2.2 Perfil de tensão residual

Nas amostras nitretadas a 520 °C, Figura 4.24, observa-se que, em relação ao VH13, a tensão residual compressiva do VEX é maior da superfície até a profundidade de aproximadamente 40 μm. Com 60 μm de profundidade, a tensão residual compressiva do VH13 atinge o seu valor máximo e em seguida cai rapidamente. No VH13 a diferença de tensão residual da superfície até seu pico máximo foi de 298 MPa. Esse deslocamento da tensão residual compressiva máxima para dentro do material foi previsto por Kolozáváry (2002), assim como um aumento do tempo de nitretação que desloca a tensão máxima para longe da superfície. A profundidade da tensão residual no VEX também é maior devido a maior profundidade da camada nitretada. O pico máximo de tensão compressiva no VEX foi medido em 50μm, porém a variação entre a superfície e o pico máximo foi de apenas 37 MPa.

Os valores da tensão residual compressiva medidos nas amostras nitretadas a 480 °C foram maiores que a 520 °C. O VH13 neste caso apresentou valor máximo de 2794 MPa diretamente na superfície e o VEX apresentou um valor bem menor de 1267 MPa. Assim como previsto por Kolozáváry (2002) tanto a tensão residual compressiva aumentou com o abaixamento da temperatura de

nitretação quanto o valor máximo ficou mais próximo da superfície. A profundidade da tensão residual nesta temperatura também foi inferior devido a menor profundidade de difusão do nitrogênio. Os valores de tensão residual compressiva obtidos para o foram bastante similares aos obtidos por Gonçalves (2012) para as duas temperaturas. [46]

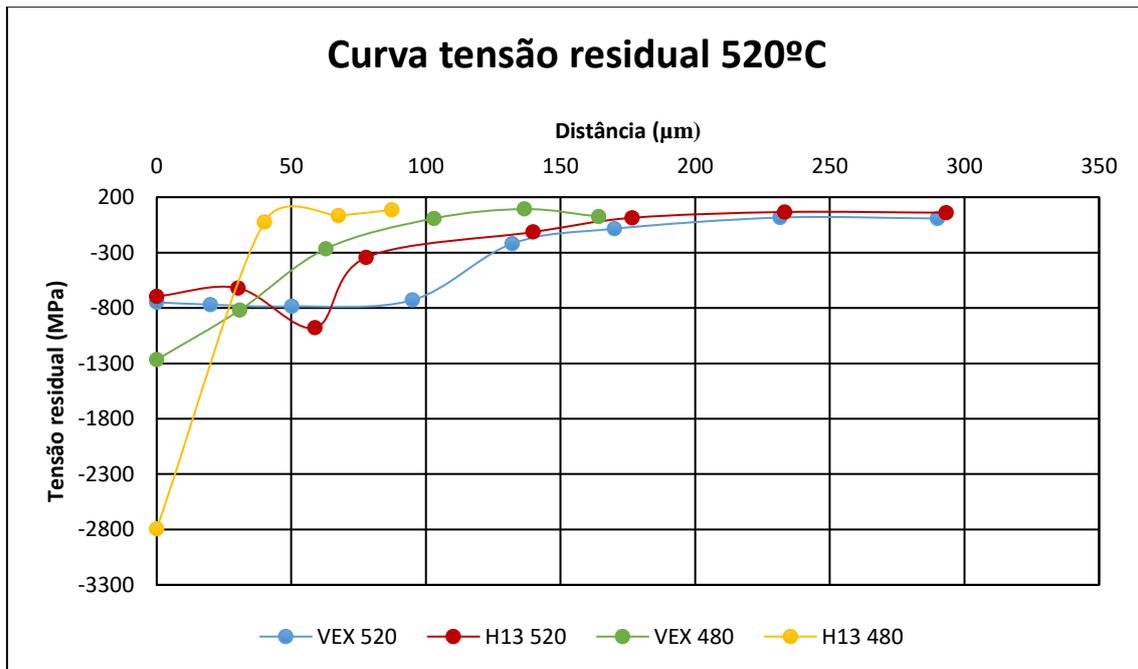


Figura 4.24 – Perfis de tensões residuais compressivas para o VEX e VH13 nitretados a 520 °C e 480 °C.

Foram também realizadas medidas da tensão residual diretamente na superfície de amostras nitretadas porém com material base recozido. Os resultados obtidos sugerem que a tensão residual de compressão medida diretamente na superfície da na camada nitretada é pouco afetada pela condição de tratamento térmico dos materiais base. A geração da tensão residual compressiva na camada nitretada é oriunda da distorção da rede cristalina e é quase que exclusivamente gerada pela precipitação dos nitretos. A contração volumétrica da camada branca também introduz um maior nível de tensões residuais. [32,35,39]

Tabela 4.4 – Tensão residual da superfície da camada nitretada com substrato recozido.

Ciclo	VEX 480 °C	VEX 520 °C	VH13 480 °C	VH13 520 °C
Tensão (MPa)	-1050	-841	-1651	-895

Nos dois materiais estudados é possível correlacionar os perfis de microdureza, o perfil de concentração de nitrogênio e o perfil de tensão residual. Em todos os casos o perfil de microdureza acompanha a queda na tensão residual compressiva e a concentração de nitrogênio na zona de difusão, conforme Figuras 4.25 e 4.26.

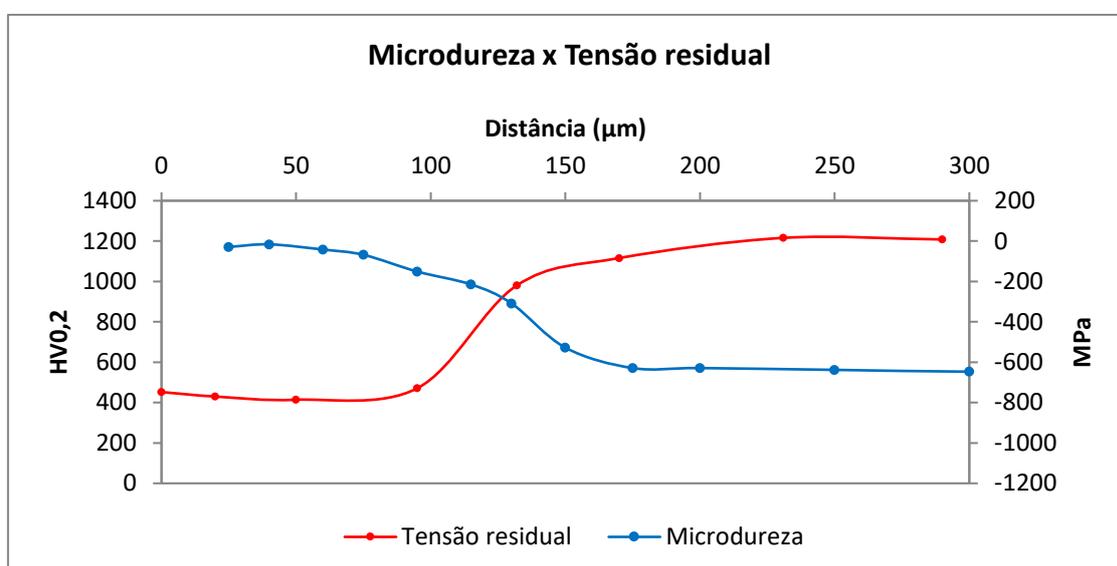


Figura 4.25 – Relação entre o perfil de microdureza e o perfil de tensão residual para o VEX nitretado a 520 °C.

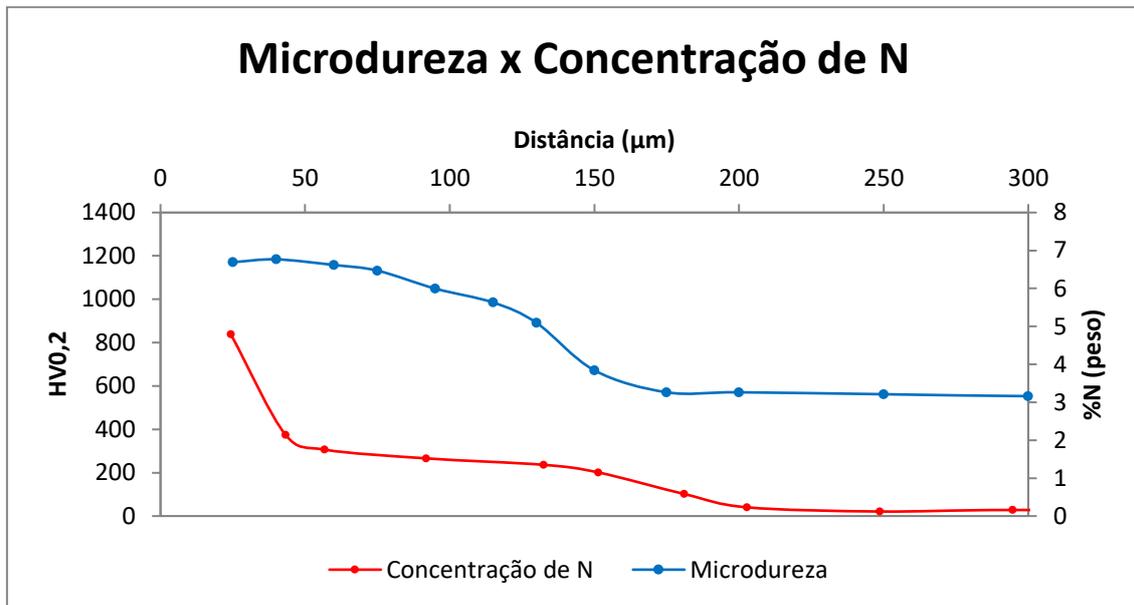


Figura 4.26 – Relação entre o perfil de microdureza e o perfil de concentração de nitrogênio para o VEX nitretado a 520 °C.

4.2.2.3 Resistência ao revenimento da camada nitretada

O efeito da temperatura de trabalho na camada nitretada foi simulado experimentalmente mantendo as amostras nitretadas durante períodos de 1, 3, 10, 30 e 100 horas dentro do forno a 600 °C. Os perfis de dureza da camada nitretada revenida são apresentados na Figura 4.27 e Figura 4.28.

A dureza superficial diminui com o aumento do tempo de revenimento para os dois materiais. A queda de dureza está correlacionada com o coalescimento dos nitretos e difusão do nitrogênio para dentro do substrato.

Com a difusão do nitrogênio em direção ao substrato, a profundidade da camada nitretada aumenta com o tempo de revenimento.

Após 3 horas de revenimento o VEX apresentou queda de 144HV e a dureza superficial caiu 1027HV. No VH13 a queda na dureza foi de 198HV e a dureza da superfície atingiu 909HV.

Após 30 horas de revenimento o VEX sustentou 915HV na superfície, dureza acima daquela apresentada pelo VH13 após 3 horas a 600 °C, enquanto a do VH13 caiu para 759HV.

Após 100 horas o VEX atingiu 759HV, valor similar ao VH13 com 30 horas de revenimento, e o VH13 atingiu 557HV. A queda de dureza total do VEX após 100 horas de revenimento foi de 412HV e do VH13 550HV. Ou seja, a queda total de dureza após 100 horas no VEX foi 138HV menor que no VH13. A dureza final atingida pelo VH13 é similar a dureza do substrato antes do revenimento.

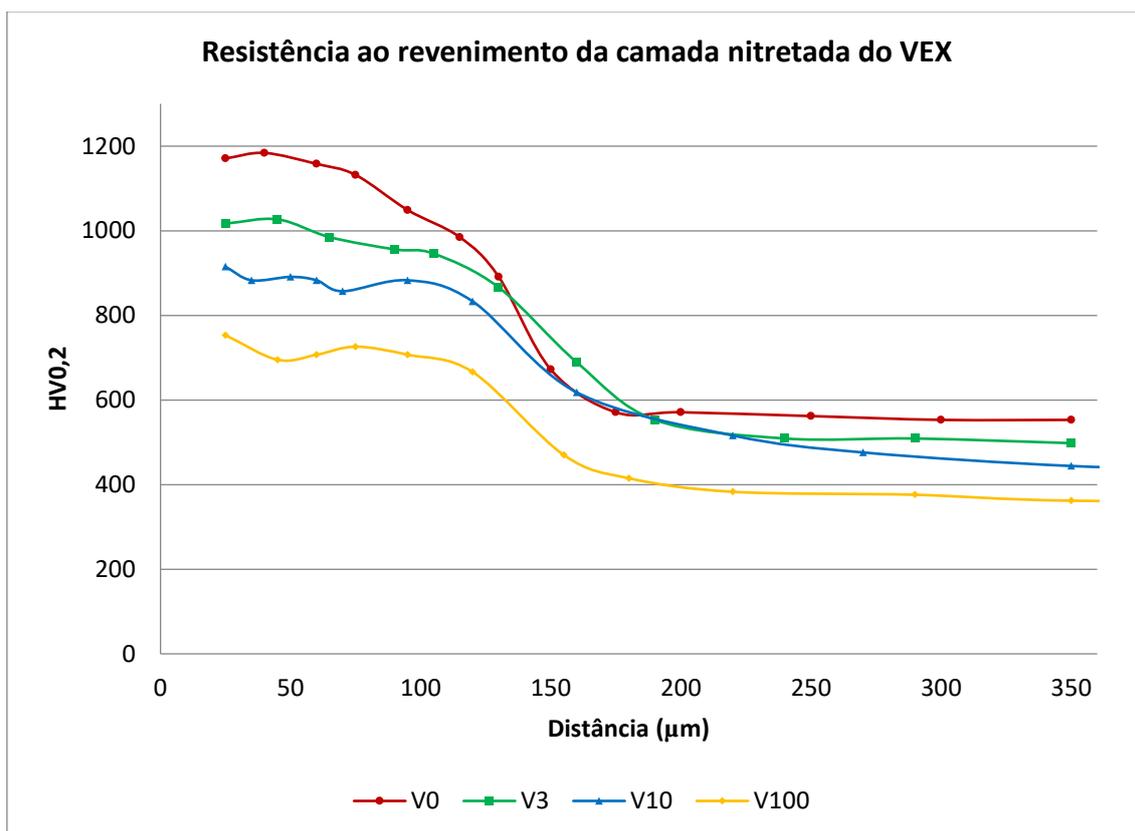


Figura 4.27 – Resistência ao revenimento da camada nitretada do VEX após 0, 3, 10 e 100 horas a 600°C.

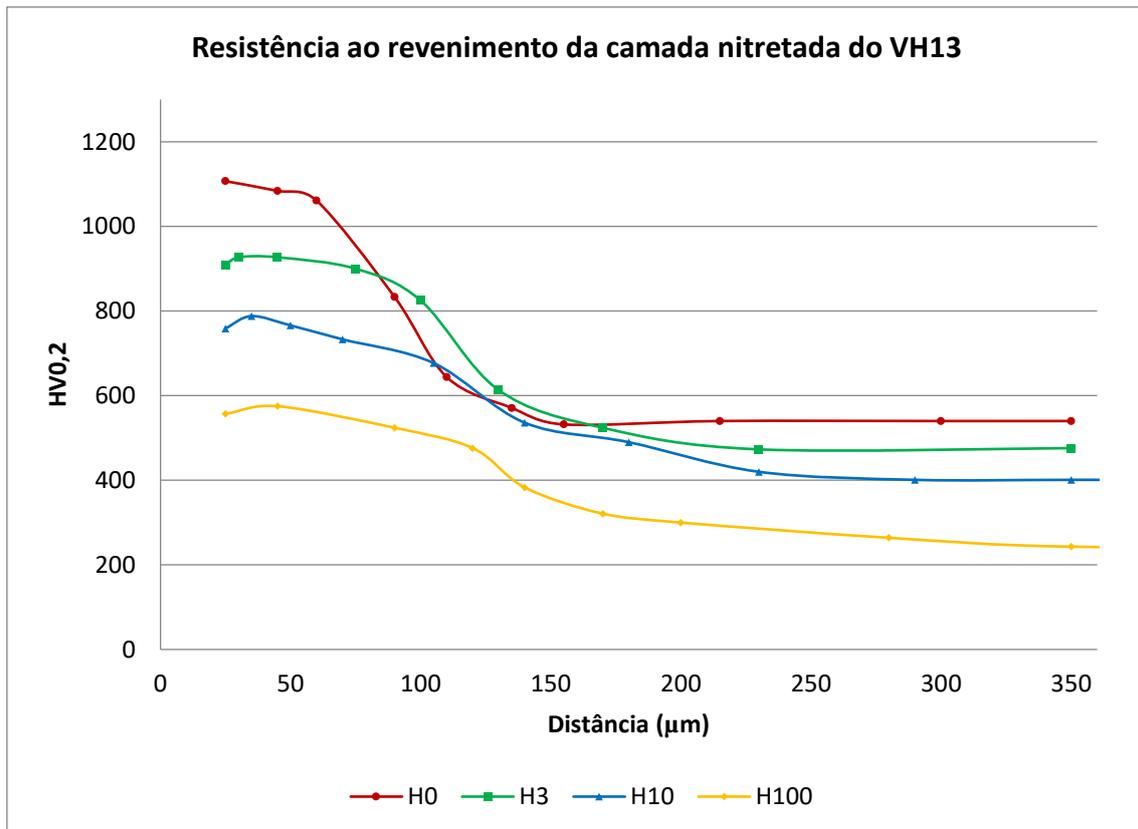


Figura 4.28 - Resistência ao revenimento da camada nitretada do VH13 após 0, 3, 10 e 100 horas a 600°C.

Assim como nos aços avaliados por Schneider, um WNr. DIN 1.2343 e um WNr. DIN 2367 com adição de 1% de Al, o VEX apresentou maior dureza superficial em todas as condições e a queda total da dureza foi menor. A maior resistência ao revenimento da camada nitretada está relacionada com a estabilidade dos nitretos de alumínio. O gráfico da queda da dureza superficial em função do tempo de revenimento é mostrado na Figura 4.29. [43]

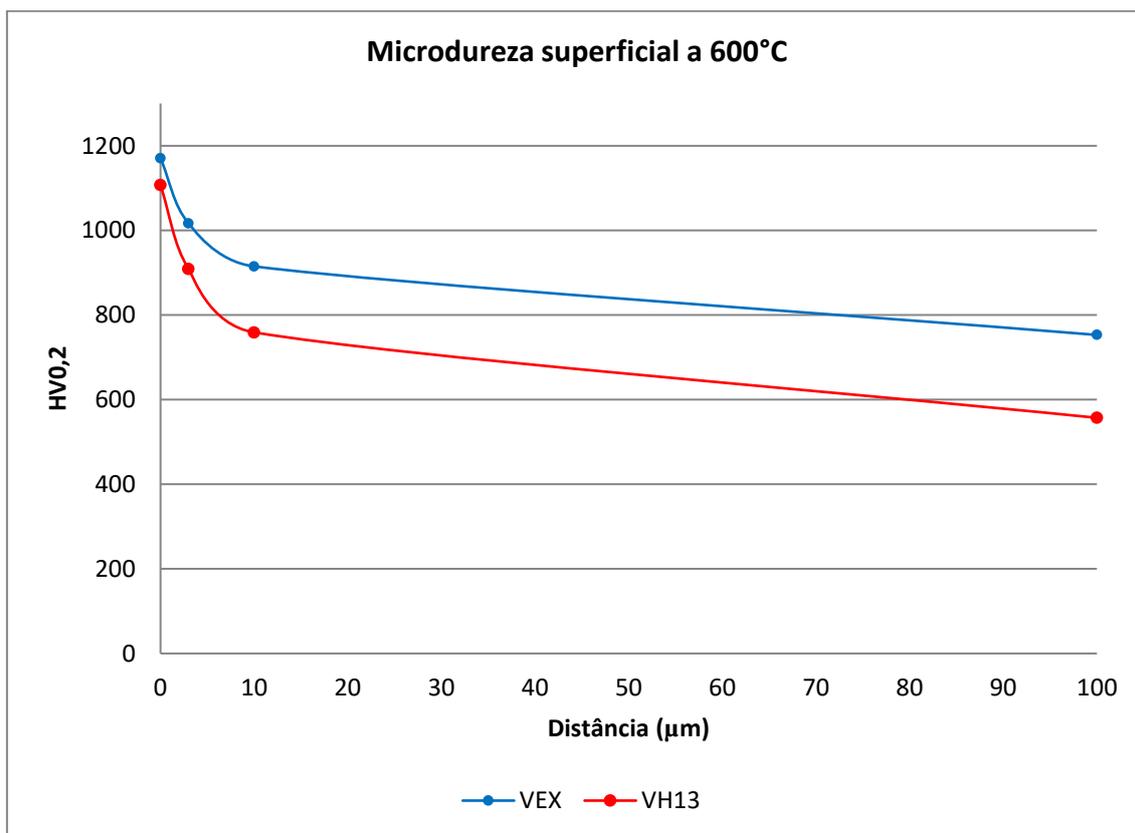


Figura 4.29 - Dureza medida a 25μm da superfície em função do tempo a 600°C.

O efeito do revenimento na microestrutura da camada nitretada pode ser observado nas Figuras 4.30, 4.32 e 4.33. Observa-se a difusão do nitrogênio em direção ao substrato e o espessamento da camada de óxidos nos dois materiais. Akhtar et. al. (2012) também identificou o surgimento e aumento dos óxidos devido à re-nitretação. [44]

A concentração de nitrogênio na superfície diminui drasticamente após 30 e 100 horas e a profundidade da zona de difusão aumenta.

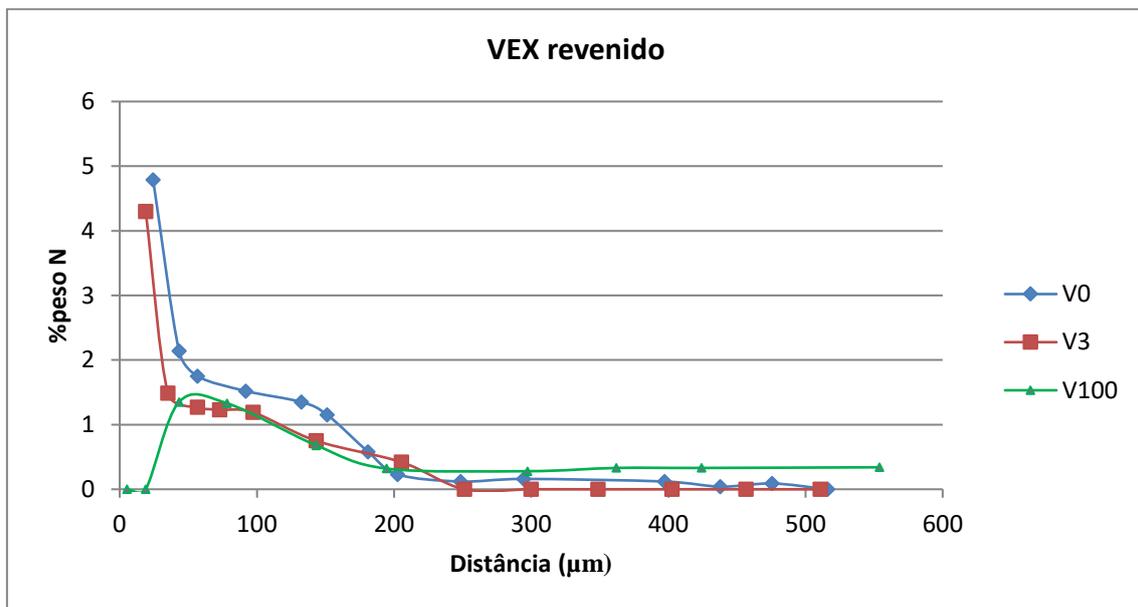


Figura 4.30 – Perfis de concentração de nitrogênio na camada nitretada do VEX em função do tempo de revenimento de 0, 3 e 100 horas.

A dureza do substrato das amostras nitretadas revenidas foi medida em função do tempo, Figura 4.31. Mesmo com a dureza mais alta de 51 HRC, observa-se que a dureza final atingida é a mesma apontada por Bacalhau com início a 45 HRC. A partir de 10 horas as curvas com durezas que se iniciam com 45 HRC e 51 HRC se igualam e a queda de dureza nos materiais é bem similar. Após 100 horas o VEX apresenta dureza de 36 HRC e o VH13 28 HRC, ou seja, 8 HRC de diferença. [17]

Assim como avaliado por Yeh, et al. (2011), uma redução de 10 HRC na dureza do substrato promoveu uma perda de massa três vezes maior na camada nitretada. Acredita-se que além da dureza inferior da camada nitretada do VH13, a diferença de 8 HRC do substrato após o revenimento pode ser bastante relevante no desgaste mais severo das matrizes de extrusão. [34]

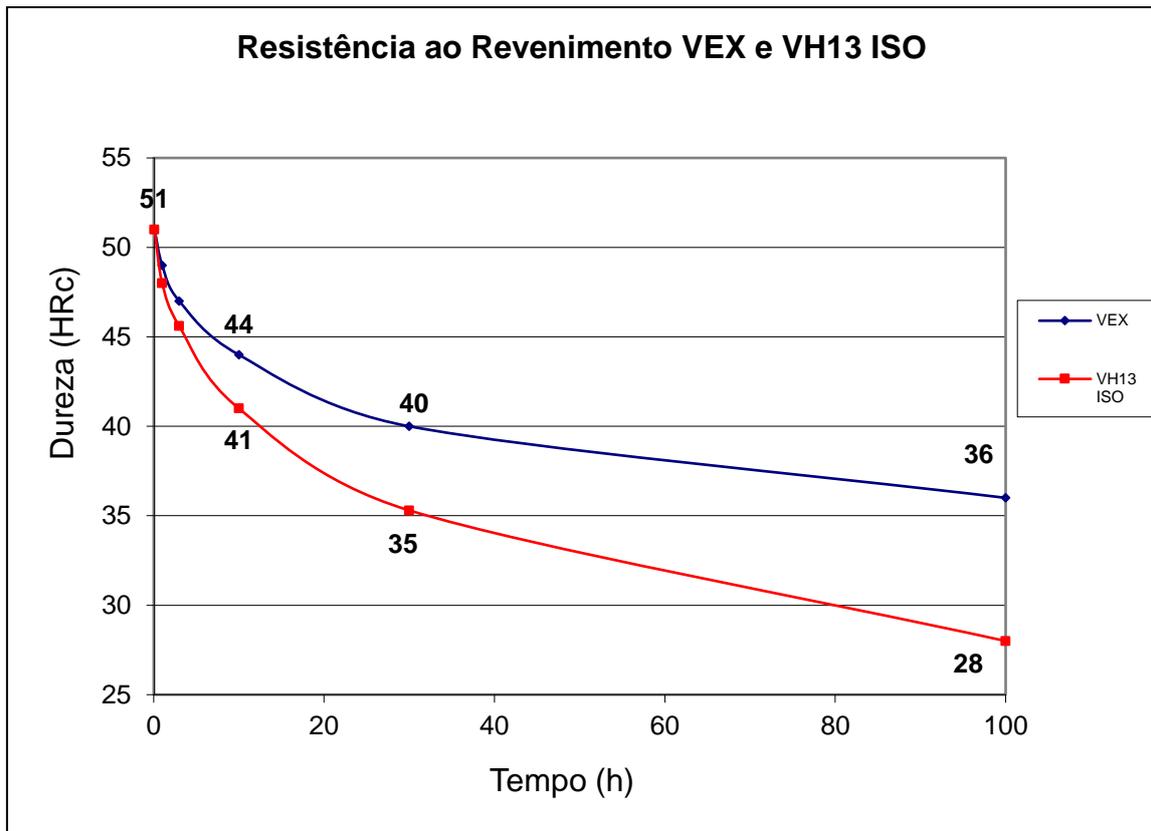


Figura 4.31 – Efeito do revenimento a 600 °C por 100 horas na dureza do substrato das amostras nitretadas.

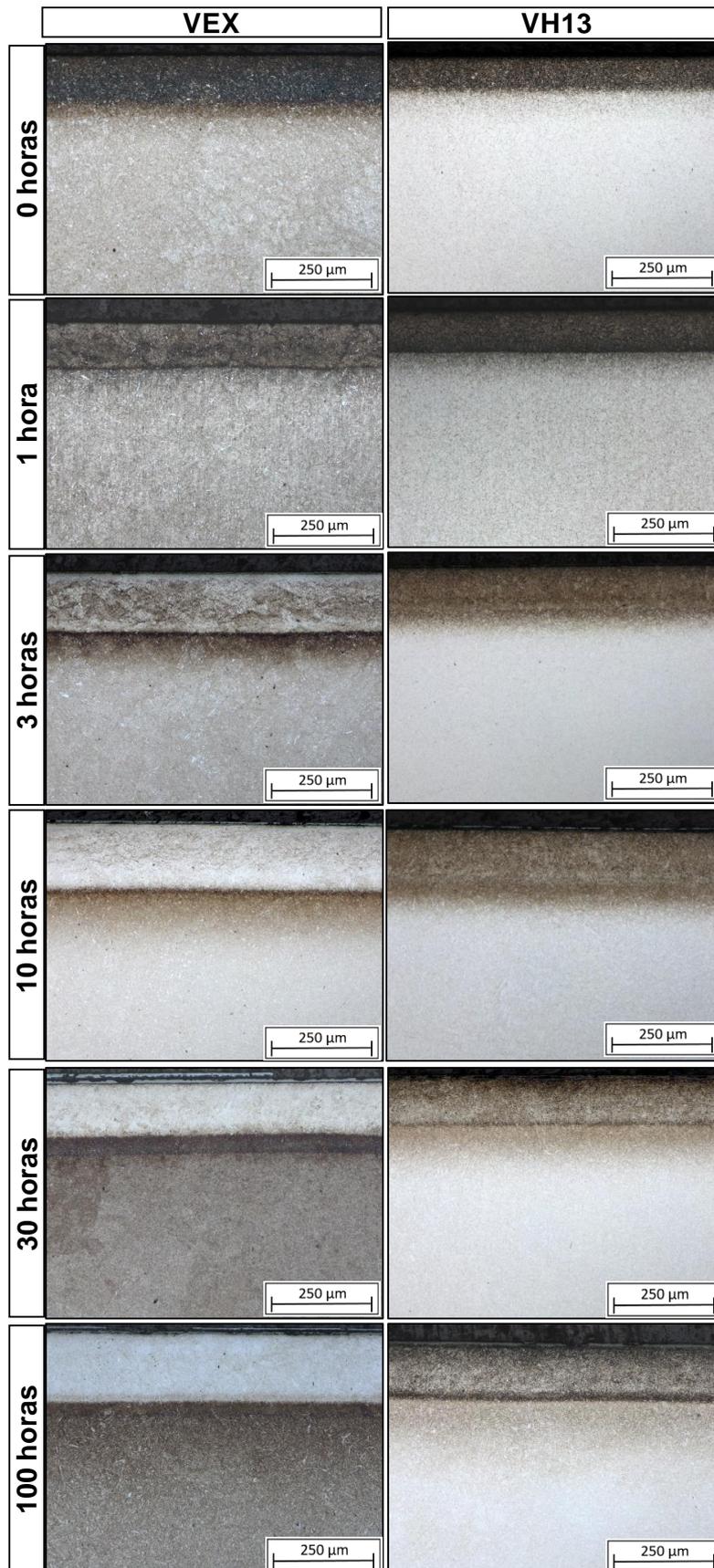


Figura 4.32 – Efeito do revenimento na camada nitretada (100x).

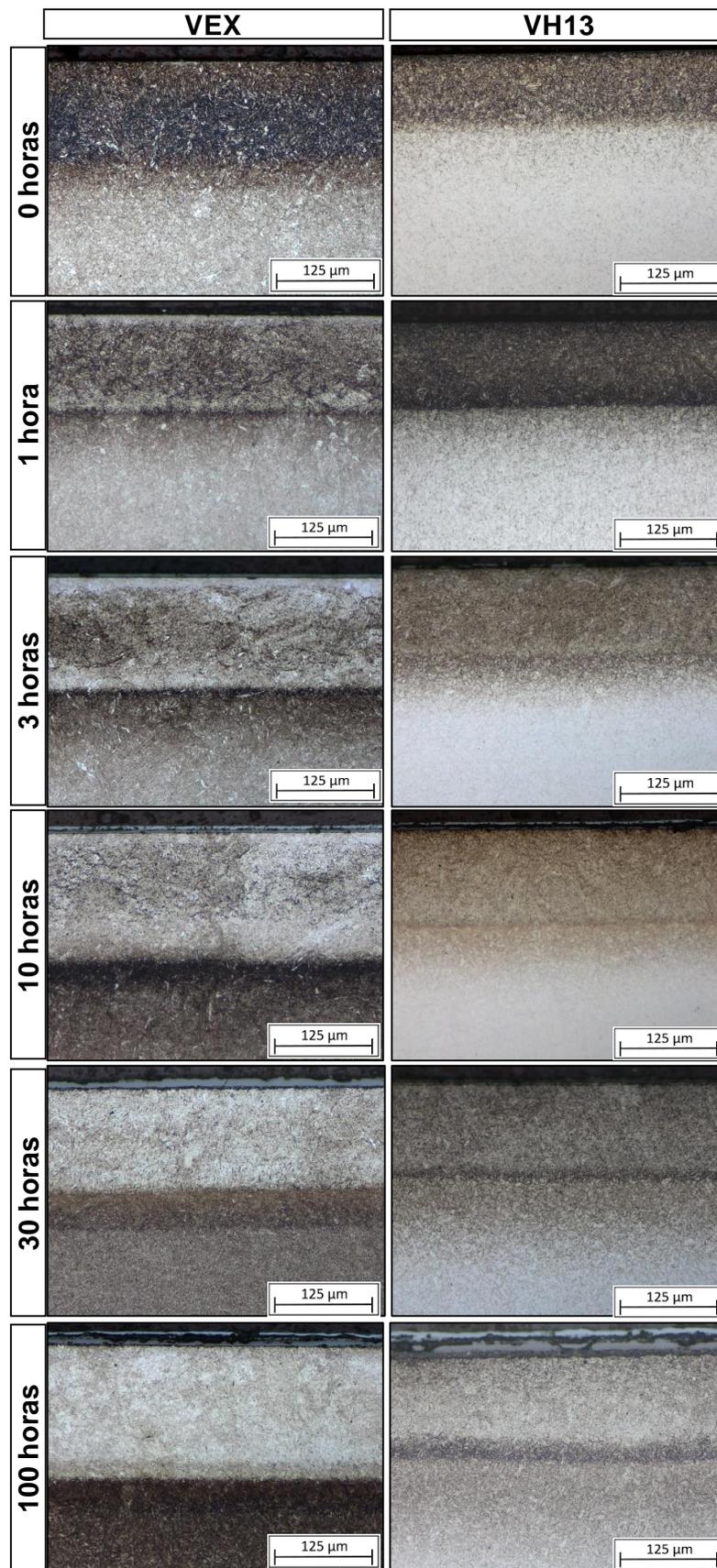


Figura 4.33 – Efeito do revenimento na camada nitretada (200x).

4.3 Matrizes de extrusão

4.3.1 Desempenho em campo

O teste de campo demonstrou a superioridade do VEX em relação ao VH13 no desempenho de matrizes de extrusão de perfis tubulares de liga de alumínio AA6060. A vida útil média desta matriz de extrusão confeccionada em AISI H13, especificamente, é de 30.000kg. A matriz de VEX avaliada neste trabalho produziu 38.580kg de perfis de alumínio com 5 re-nitreções e a de VH13 produziu 36.388Kg com 7 nitreções, Figura 4.34.

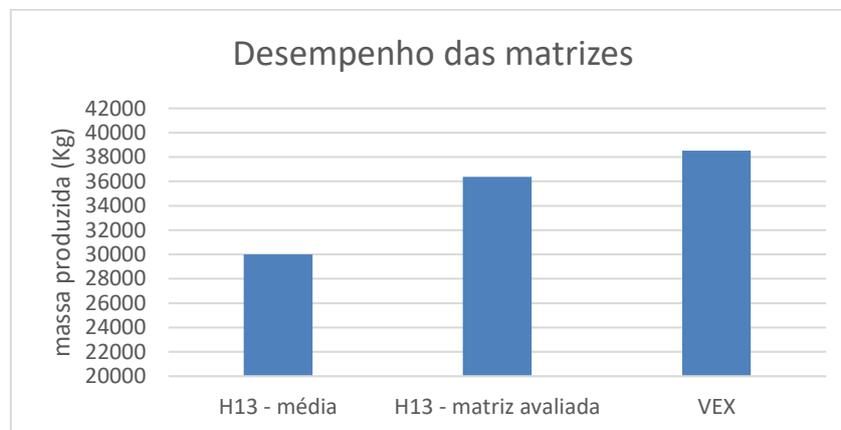


Figura 4.34 – Desempenho das matrizes de VEX e VH13.

4.3.2 Caracterização

A Figura 4.35, mostra a diferença de desgaste entre o VEX e o VH13. O VH13, mesmo com 2 re-nitreções a mais que o VEX, apresentou um desgaste severo tanto no mandril quanto na matriz. Este desgaste também foi acentuado na ferramenta produzida em VH13 por ter produzido um volume maior que a média histórica registrada.

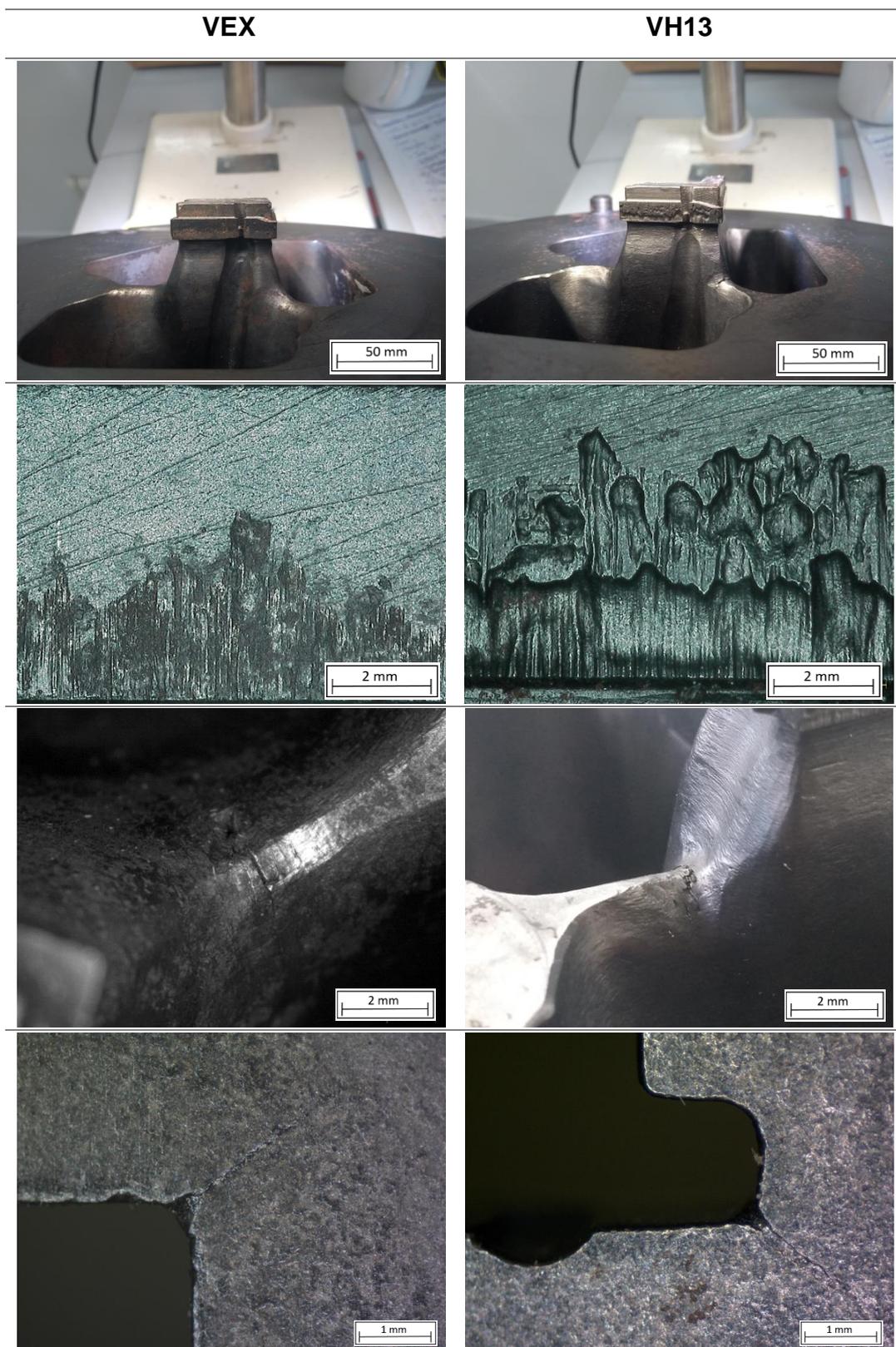


Figura 4.35 - Comparativo do desgaste e trincas observadas nas matrizes de VEX e VH13 após o final da vida útil.

Nos dois materiais é possível observar o surgimento de trincas em quinas que atuaram como concentradores de tensão e regiões onde as tensões e atrito com o tarugo extrudado foram maiores. Os cantos vivos também são fragilizados pela formação de nitretos em contornos de grão, pois sofrem a difusão de nitrogênio em duas direções e a concentração aumenta. O tamanho destas trincas é o mesmo nos dois casos. O final da vida útil das matrizes avaliadas não foi causado pelo surgimento destas pequenas trincas, e sim pelo desgaste das ferramentas que limitaram a qualidade superficial dos produtos extrudados.

O perfil de desgaste da matriz de VH13 também foi avaliado por meio de microscopia ótica com empilhamento de imagens para construção de uma representação em 3 dimensões.

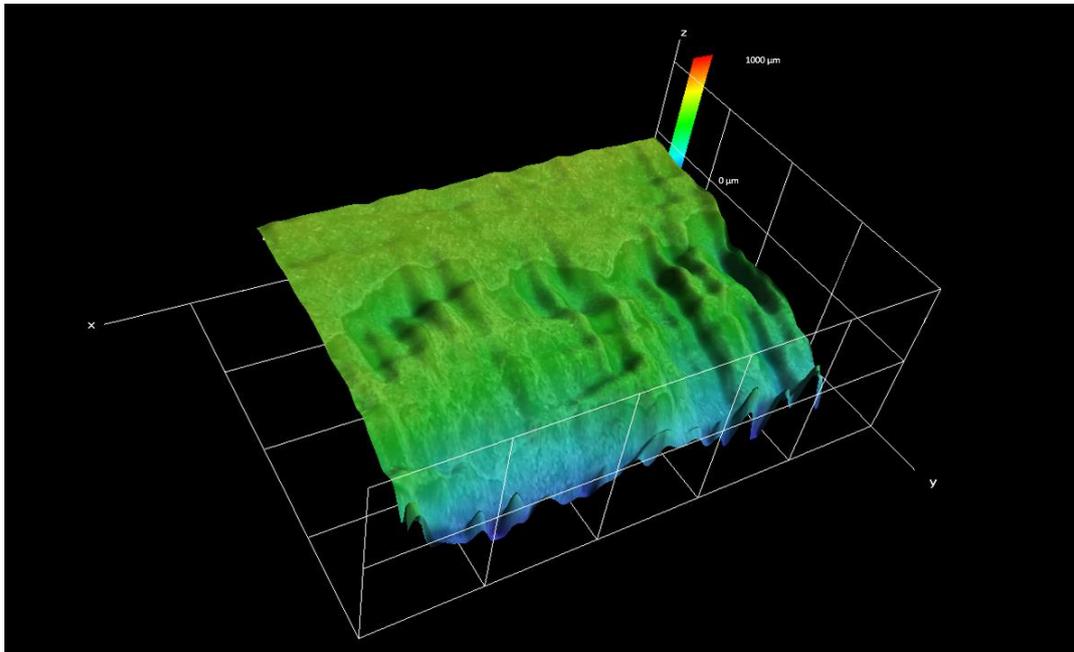


Figura 4.36 – Microscopia 3D do desgaste do mandril de VH13 em cores falsas.

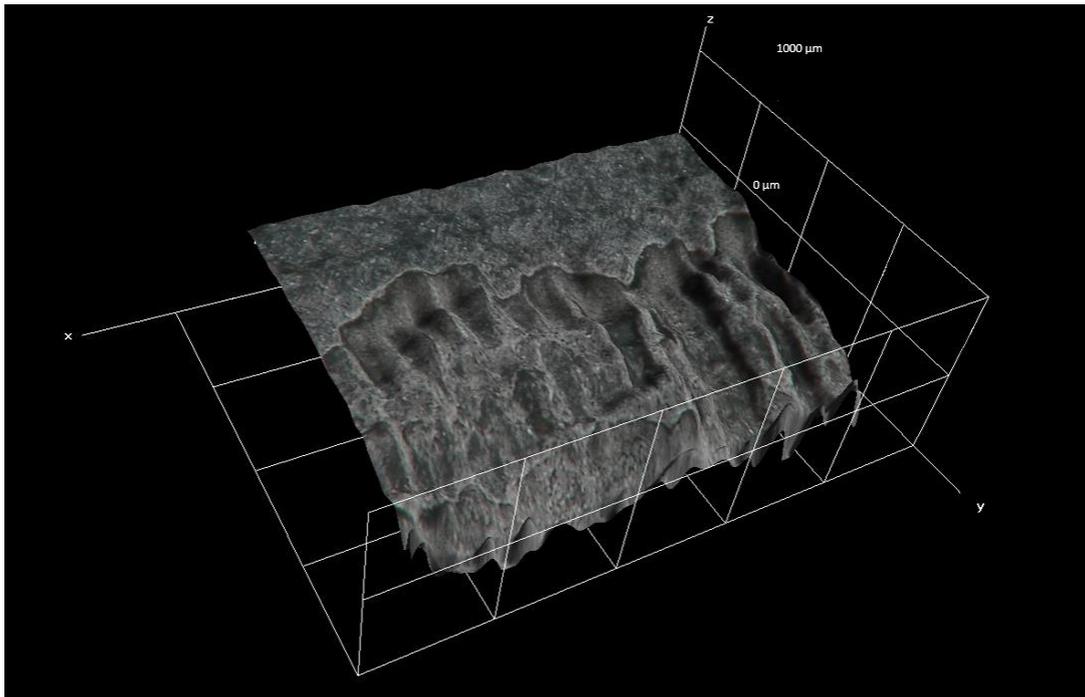


Figura 4.37 – Microscopia 3D do desgaste do mandril de VH13.

O perfil de desgaste do mandril de VH13 na seção amarela da Figura 4.38 é apresentado na Figura 4.39.

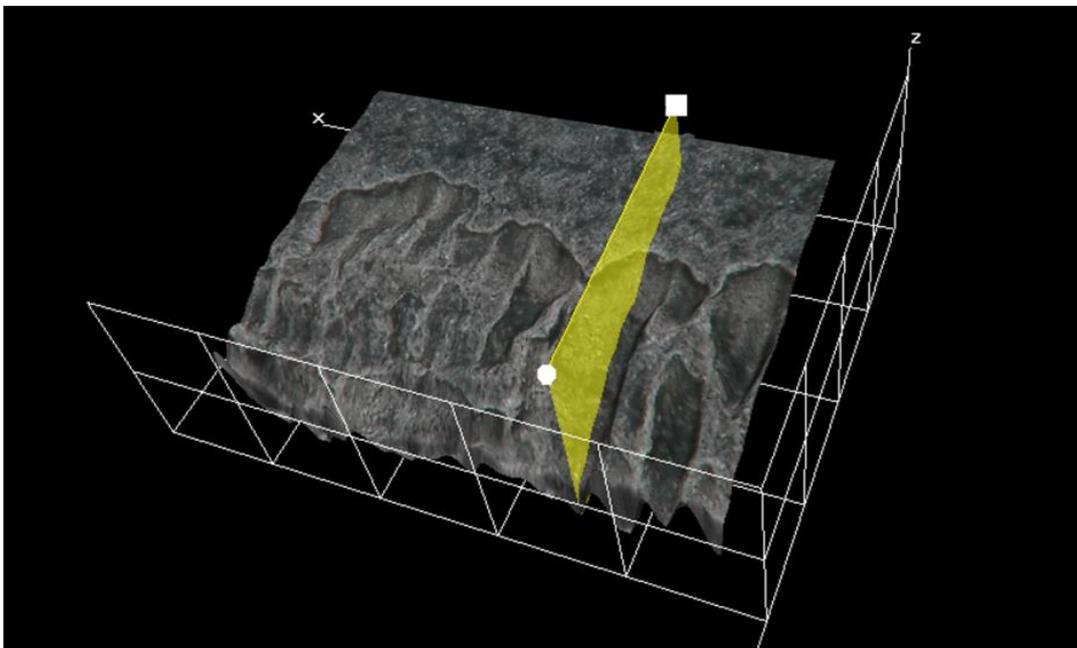


Figura 4.38 – Região do perfil de desgaste avaliado.

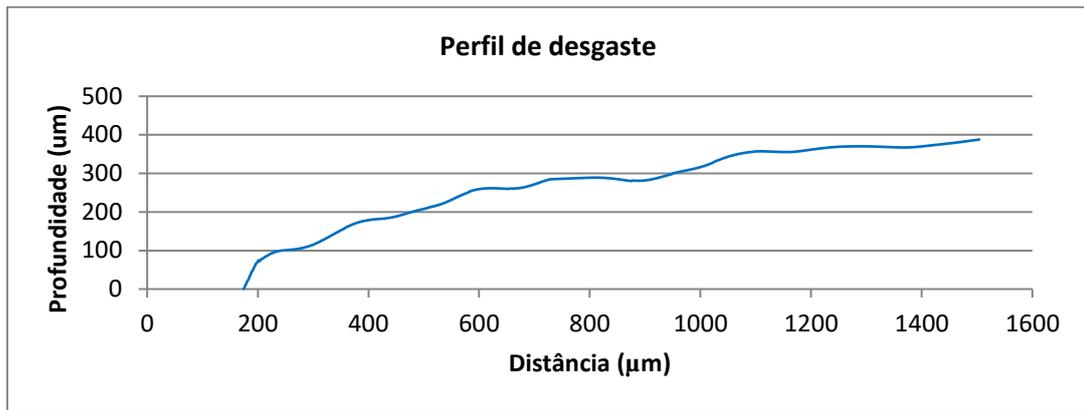


Figura 4.39 – Perfil de desgaste do mandril de VH13.

Os resultados do ensaio de impacto dos corpos de prova retirados das matrizes usadas são apresentados nas Figuras 4.40 e 4.41. Vale ressaltar que os corpos de prova não sofreram tratamentos térmicos, conforme estabelecido pela NADCA. As amostras foram tiradas diretamente das matrizes que foram tratadas para 50 HRC e não 45HRC. Sabe-se que os valores obtidos em corpos de prova tratados conforme NADCA para 45HRC são mais altos, mesmo assim os resultados de tenacidade ao impacto são considerados aceitáveis para ambos os materiais após a vida útil.

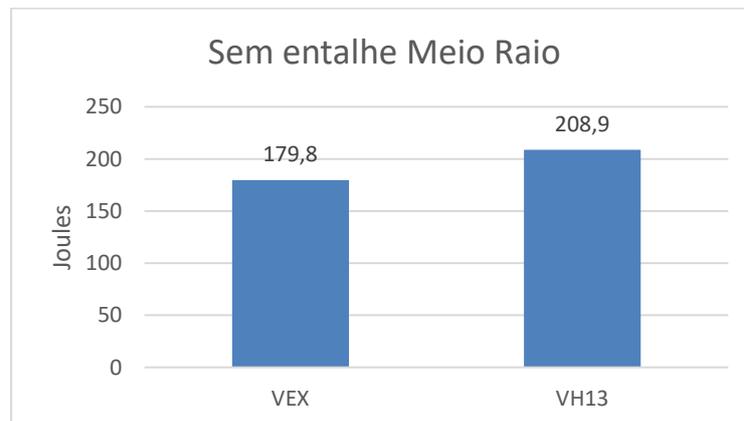


Figura 4.40 – Ensaio de impacto em entalhe conforme VDGM82.

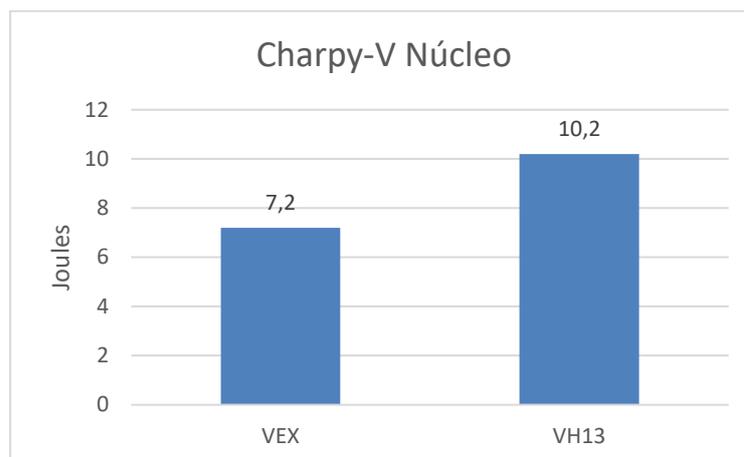


Figura 4.41 – Ensaio de impacto com entalhe dos corpos de prova retirados do núcleo das matrizes.

As micrografias das superfícies das matrizes são apresentadas na Figura 4.42. É possível observar o efeito da difusão do nitrogênio devido a temperatura de trabalho das matrizes. Este efeito não foi observado nas amostras que foram apenas nitretadas múltiplas vezes, onde o único efeito foi o aumento da profundidade da camada de difusão.

Ambos os materiais apresentam nitretos formados em contornos de grão. A formação de nitretos em contornos de grão ocorre preferencialmente nas arestas das matrizes devido a difusão de nitrogênio em duas frentes perpendiculares que se encontram, aumentando então a concentração de nitrogênio nestas regiões. Como a difusão do nitrogênio é mais eficiente no VEX, é possível também observar a formação de filmes de nitretos devido à temperatura das re-nitretações e principalmente devido à temperatura de trabalho das matrizes, Figura 4.43.

Como o VEX foi re-nitretado 5 vezes, observa-se a formação de 5 camadas, conforme Figura 4.43. Cada número na imagem indica a sequência de nitretação. A camada nitretada do VEX também ficou mais profunda, mesmo com 2 re-nitretações a menos que o VH13.

O desgaste nas arestas da ferramenta também foi maior no VH13 que no VEX, o que gerou o abaulamento observado na Figura 4.43.

Em nenhum caso foi observado a presença da camada branca, ou seja, a camada branca e a camada de óxidos é completamente removida durante o processo, conforme previsto por Birol (2012). [31]

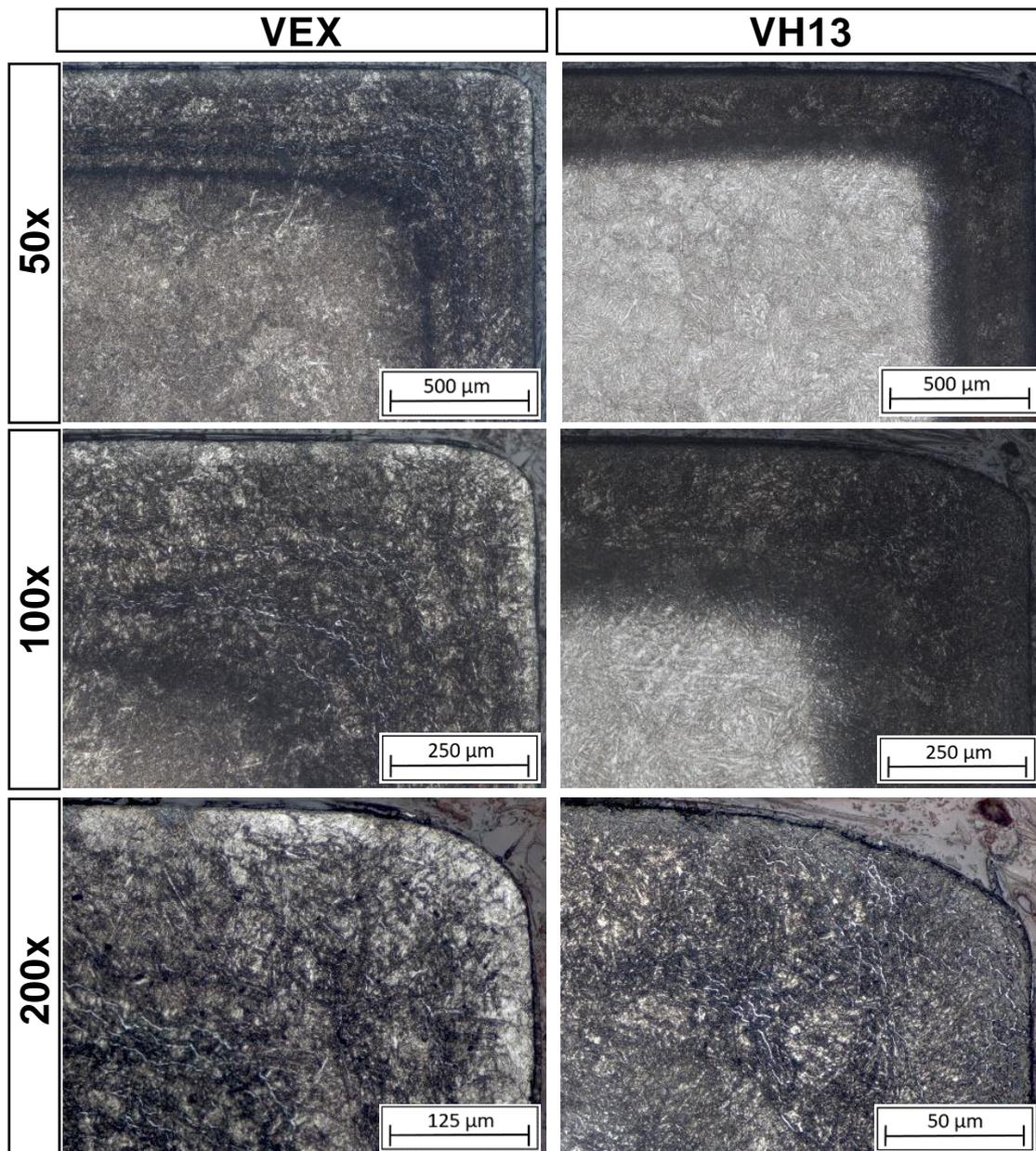


Figura 4.42 – Micrografias dos mandris de VEX e VH13.

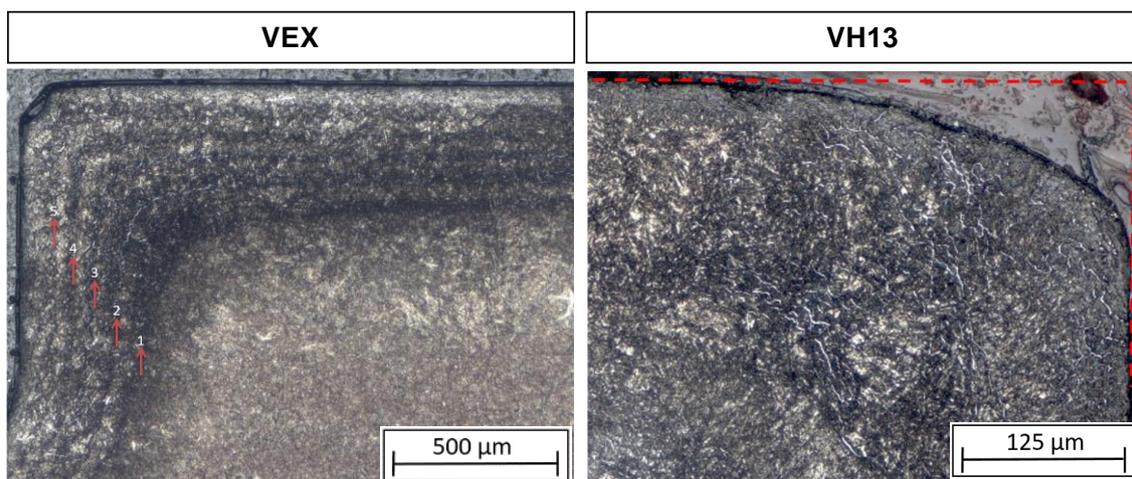


Figura 4.43 - Efeito da temperatura de trabalho na zona de difusão das camadas nitretadas das matrizes usadas, formação de nitretos em contornos de grão e abaulamento das arestas.

O perfil de microdureza das matrizes é apresentado na Figura 4.44. A dureza superficial da matriz confeccionada em VEX caiu para 975 HV e do VH13 para 802 HV, ou seja, o VEX apresentou 173 HV a mais na superfície após o fim da vida da ferramenta, mesmo tendo produzido mais. Essa diferença de dureza corrobora os resultados da simulação experimental do revenimento das amostras nitretadas. A dureza do substrato do VEX caiu para 450HV enquanto a matriz do VH13 caiu para 420HV.

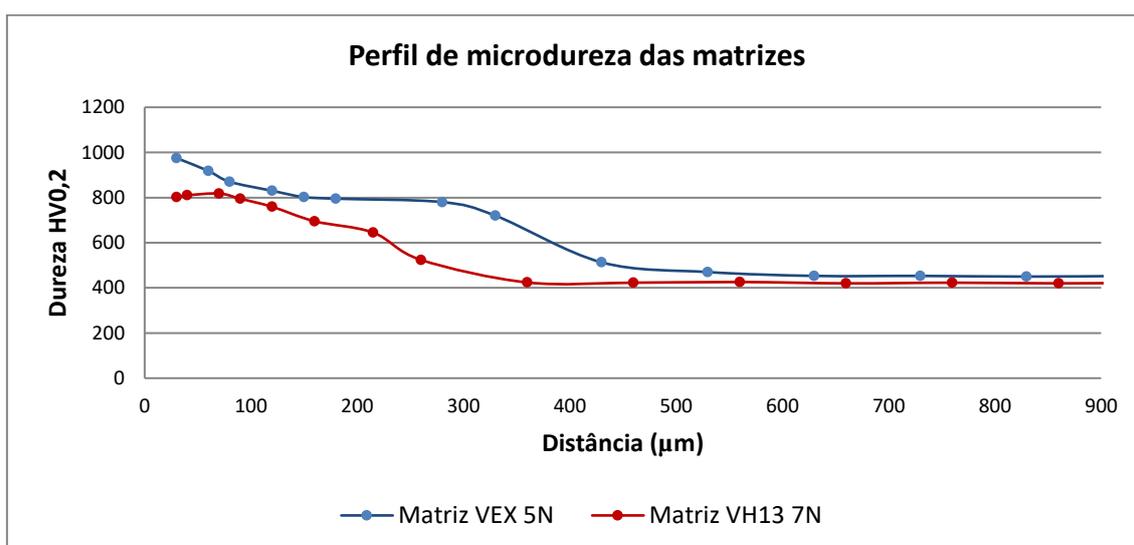


Figura 4.44 – Perfil de microdureza das matrizes após o uso.

As tensões residuais compressivas medidas nas superfícies dos mandris foram menores que as tensões medidas nas matrizes, Figura 4.45. Isso ocorreu, provavelmente, pelo nível de desgaste mais pronunciado na superfície dos mandris que nas matrizes. Com o desgaste mais acentuado o material das regiões internas da matriz fica exposto, e conseqüentemente, à proporção que a profundidade aumenta a tendência da tensão residual é diminuir. O mesmo acontece em relação aos valores obtidos para o ferramental de VH13, com o desgaste mais severo as tensões residuais compressivas na superfície ficam mais baixas.

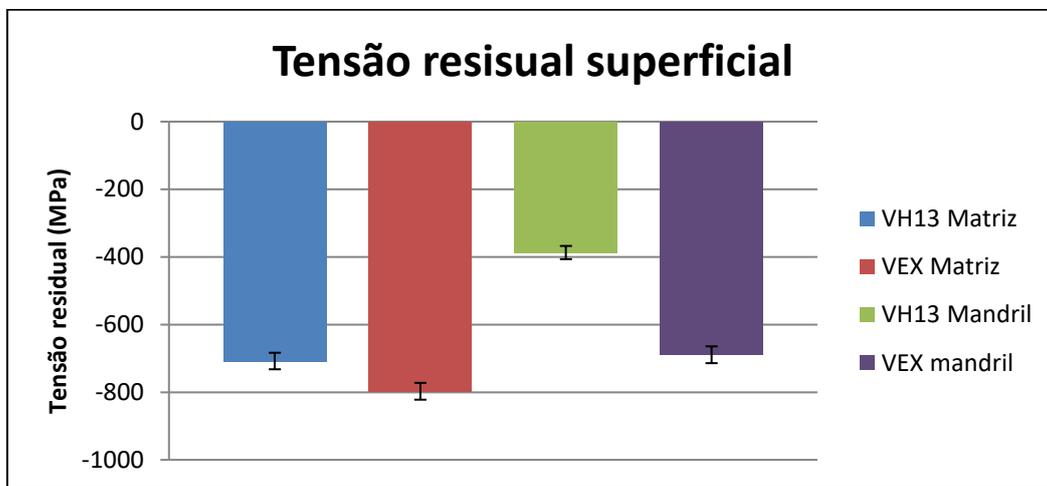


Figura 4.45 – Tensão residual compressiva medida na superfície das ferramentas.

Conforme o desgaste vai ocorrendo, o material com cada vez mais baixa dureza fica exposto e o desgaste é então acelerado. Este é um dos motivos que uma camada mais profunda é vantajosa. Com a camada dura mais profunda, o substrato de baixa resistência mecânica demora mais para ser atingido. A dureza mais elevada da camada nitretada também favoreceu a maior resistência ao desgaste no VEX. O efeito da resistência ao revenimento do substrato deve ser levado novamente em consideração nas matrizes usadas, devido ao fato de que a camada nitretada deve ser suportada por uma camada interior que resista às tensões envolvidas. Um núcleo muito dúctil não tem a capacidade de suportar a camada nitretada mais frágil e a probabilidade da ocorrência de trincas e deslocamentos se torna maior. O mosaico de micrografias, apresentado na

Figura 4.46, mostra a exposição do substrato mais dúctil e a consequência causada pelo desgaste intensificado no VH13.

Para a avaliação final dos custos de produtividade deve-se levar em consideração o custo total do tarugo, a eficiência do processo e o custo da ferramenta. A eficiência do processo e o custo com ferramentas está diretamente relacionado com o desempenho do ferramental, que por sua vez está relacionado com a qualidade do aço ferramenta e tratamentos empregados. A extrusão de perfis tubulares e semi-tubulares tem menor produtividade e eficiência e os custos com ferramental são em média duas vezes mais alto que em matrizes sólidas. Conclui-se então, que tanto os custos com ferramental quanto a eficiência do processo, devido ao menor intervalo entre falhas, são otimizados com a utilização do VEX em aplicações de extrusão de alumínio. [7]



Figura 4.46 – Mosaico de micrografias da superfície das matrizes de VEX e VH13.

5 CONCLUSÕES

- ✓ O efeito da re-nitretação nas propriedades e microestruturas do VEX e VH13 foi avaliado e mostrou que conforme o aumento do número de ciclos, o teor de nitrogênio da superfície, a camada de óxidos, a espessura da camada branca e zona de difusão também aumentam, enquanto a dureza da camada nitretada e a dureza do substrato diminuem.
- ✓ O efeito da temperatura atingida na ferramenta no processo de extrusão foi simulado experimentalmente e comprovado pela avaliação das matrizes ao fim da vida útil. A queda de dureza em função do revenimento, tanto na camada nitretada quanto no substrato, é muito mais acentuada no VH13 do que no VEX. A concentração de nitrogênio diminui e o nitrogênio difunde em direção ao substrato. A tensão residual de compressão na superfície diminui em função da temperatura e exposição das camadas internas devido ao desgaste.
- ✓ O desempenho do VEX nos testes de campo foi superior ao do VH13, que apresentou desgaste severo. O melhor desempenho do VEX se traduziu em aumento da produtividade no processo de extrusão, melhoria na qualidade dos perfis extrudados e redução de custos com ferramental.
- ✓ A melhor resistência ao desgaste do VEX pode ser atribuída pela grande estabilidade térmica da camada nitretada, superior resistência ao revenimento do substrato e profundidade de difusão do nitrogênio.
- ✓ As análises mostraram que a taxa de desgaste da ferramenta é acelerada em função do tempo devido a exposição das camadas internas de menor resistência mecânica. Quanto menor a profundidade da camada nitretada maior será o aumento na taxa de desgaste.

- ✓ O efeito dos elementos de liga na camada nitretada e na temperabilidade dos aços ferramenta foi avaliado por meio de dilatométrica.
- ✓ As propriedades mecânicas e microestruturais do VEX e VH13, na condição de matéria-prima recozida, foram comparadas e não apresentaram diferenças significativas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Estudar os mecanismos que favorecem a resistência ao revenimento em aços ferramenta para trabalho a quente.
- ✓ Quantificar a resistência ao desgaste do VEX e do H13 em diferentes temperaturas de trabalho.
- ✓ Avaliar a resistência a oxidação e a camada de óxidos formada no VEX.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. Tool Steels. 5. ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1998. p. 1-123 e p. 219-250.

[2] MESQUITA, R. A. Tool Steels – Properties and Performance. 1. ed. CRC Press, 2017. p. 41-97.

[3] LAUE, K; STENGER, H. Extrusion: Process, Machinery and Tooling. ASM International, Materials Park (OH). 1981. p. 109-161.

[4] SAHA, P.K. Aluminum extrusion technology. ASM International, Materials Park (OH) (2000). 10-23.

[5] BJÖRK, T; et al. Tribological simulation of aluminium hot extrusion . Wear Volume 224, Issue 2, February 1999, p. 216–225

[6] ALUMINUM EXTRUSION MANUAL. Aluminum Extruders Council. Illinois 2014.

[7] GUIA TÉCNICO DO ALUMÍNIO: Extrusão. Vol 1. 3.ed. São Paulo: Associação Brasileira do Alumínio – ABAL. 2005. p. 19-97.

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

[9] CARVALHO, F.S.G; Extrusão a Quente de Tubos: Análise Experimental da Distribuição de Tensões Residuais na Parede do Tubo, Dissertação (Mestrado) Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Mecânica, Universidade Federal de São João Del Rei, 2013, 104 p.

- [10] COMMITTEE, A. I. H. ASM handbook: Forming and forging. ASM International, 1988. p.10-53.
- [11] AUE-U-LAN. Y.; et al. Investigation of the Parameters Affecting the Die Failure in High Extrusion Ratio of Aluminium Square Hollow Profile by Using Viscoplastic Finite Element Modelling. AIJSTPME (2013) 6(1): 27-33.
- [12] ARIF, A.F.M.; et al. A study of die failure mechanisms in aluminum extrusion. Journal of materials processing technology. Volume 134. 2003. p. 318-328.
- [13] GASEM, Z. M. Cracking in a multiple gas-nitrided H13 aluminum extrusion mandrel. Engineering Failure Analysis. Volume 31. 2013. p. 68–75.
- [14] BJÖRK, T; et al. Wear of surface treated dies for aluminium extrusion —a case study. Wear Volume 249. 2001 p. 316–323.
- [15] CATÁLOGO VILLARES METALS – Aços Ferramenta 2012.
- [16] NADCA DIE MATERIALS COMMITTEE. Special Quality Die Steel & Heat Treatment Acceptance Criteria for Die Casting Dies. NADCA #207-2016. Wheeling, IL : s.n., 2016.
- [17] BACALHAU, J. B.; et al. Caracterização de novo aço ferramenta para matrizes de extrusão de alumínio. São Paulo : Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, 2014. Vol. v. 11.
- [18] COSTA E SILVA, A. L. V. da; MEI, P. R. Aços e Ligas Especiais. 2ª Edição revisada e ampliada. São Paulo : Edgard Blücher, 2006. p. 211-319.
- [19] CHIAVERINI, V. Aços e ferros fundidos. 4. Ed. São Paulo: ABM, 1979. p. 147-190.

[20] BAIN, E.C.; PAXTON, H.M. Alloy elements in steel. 2ed. ASM, Metals Park, 1966. p. 108-207.

[21] MCMAHON JR, C. Met. Trans. Volume 11 A. march 1980. p. 531.

[22] BARBOSA, C. A; MESQUITA, R. A. Patente PI1003185-5 A2, 2012.

[23] BRANDIS, H; et. A., Metallurgical aspects of carbides in high speed steels, Processing and Properties of High Speed Tool Steels, eds M.G.H. Wells, L. W. Lherbier, Warrendale, PA: TMS-AIME, 1980. p. 1-8.

[24] MESQUITA, R. A.; et al. Influence of silicon on secondary hardening of 5 wt% Cr steels. Materials Science and Engineering: A. Volume 556, 30 October 2012. p. 970–973.

[25] MESQUITA, R. A.; et al. Aços ferramenta para trabalho a quente com baixo teor de silício: caracterização e aplicações. Abril - Junho de 2008, Vol. 4, p. 7 - 15.

[26] MESQUITA, R. A. e BARBOSA, C. A. novo aço ferramenta de alta resistência a quente. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v.3, n.3. 2007. p. 63-68

[27] PALIZDAR, Y; et. al. Understanding the effect of aluminium on microstructure in low level nitrogen steels, MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOG, Volume: 25. 2013. p. 1243-1248.

[28] THELNING, K. E. – “Case Hardening”, in Steel and Its Heat Treatment, Ed. Butterworths, 1984.

[29] PYE, D. Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing. ASM International Materials Park, Ohio. 2003. p.30-101.

- [30] YANG, M. Nitriding – Fundamentals, modeling and process optimization. Worcester Polytechnic Institute. 2012. p. 12-47.
- [31] BIROL, Y. Analysis of Wear of a Gas Nitrided H13 Tool Steel Die in Aluminium Extrusion. *Engineering Failure Analysis* 26 (2012) 203–210.
- [32] KOLOZSVÁRY. Z; et al. Residual Stresses in Nitriding. In: *Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel*. Materials Park, OH: ASM, 2002. p.209-219.
- [33] BALLEES, A. C. Nitretação a Plasma, Como Meio Alternativo ou Complementar à Oxidação Negra na Proteção à Corrosão do Aço de Baixo Teor de Carbono. UFP, Curitiba. 2004. p. 20-54.
- [34] YEH, S.; et. al. Effects of Gas Nitriding on the Mechanical and Corrosion Properties of SACM 645 Steel. *Engineering*. 2011. p. 942-948.
- [35] OETTEL, H. Calculation of macro stresses in nitrided steels. 4th Conference on residual stresses. Baltimore 1994. p. 1285-1291.
- [36] K. H. JACK, K. H. Nitriding, Heat Treatment '73. The Metals Society, London, 1973. p. 39-50.
- [37] KNERR, C.H. et al. Gas Nitriding. Heat Treating. Vol 14, ASM Handbook. ASM International. 1991. p 387-409
- [38] ABDUL-HUSSEIN, A. Nitriding of aluminum containing steels. Houldsworth School of Applied Science. The University of Leeds. 1984.
- [39] OETTEL, H. SCHREIBER, G. Formation of residual stresses in diffusion layer. Nitrieren und nitrocarburieren. AWT Tagungsband 1991. p. 139-151.

[40] HABERLING E. RASCHE, K. Plasma Nitriding of Tool Steels, New Materials, Processes, Experiences for Tooling, H. Berns, M. Hofmann, L.-A. Norstrom, K. Rasche, and A.-M. Schindler, Ed., MAT SEARCH, Andelfingen, Switzerland, 1992, p 369-392.

[41] CATÁLOGO ALCOA. Ligas e Têmperas de Extrusão. 2010

[42] HONEYCOMBE, R. W. K.;BHADESHIA, H. K. D. H. Steels. Microstructure and properties. Londres: Edward Arnold, 1981, p. 7-235.

[43] SCHNEIDER, H.; et. al. Effects of Different Alloying Concepts of New Hot Work Tool Steels on the Hardness Profile After Nitriding. Surface Engineering. V.23, n3, p.173-176. 2007.

[44] AKHTAR, S. S.; et. al. Influence of Multiple Nitriding on the Case Hardening of H13 Tool Steel: experimental and Numerical Investigation. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 2012. p. 57-70.

[45] GINTER, C.; et. al. A New Approach to Hardening Mechanisms in the Diffusion Layer of Gas Nitrided a-alloyed Steels. Effects of Chromium and Aluminium: Experimental and Simulation Studies. Trattamenti Termici. Riva del Garda, 2005. p. 29-35.

[46] GONÇALVES, C. S. Efeito do processo de nitretação sob plasma no comportamento em fadiga térmica dos aços ferramenta para moldes para injeção de alumínio sob pressão. São Paulo : Universidade de São Paulo, 2012. 97-164.