

Nitretação à plasma do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1: influência do tempo de tratamento

DOS REIS, R.F.^I; MALISKA, A.M.^{II}; BORGES, P.C.^I;

^IDepartamento Acadêmico de Mecânica – UTFPR, Campus Curitiba, 80230-901 Curitiba, PR, Brasil
e-mail: ricardo@utfpr.edu.br, pborges@utfpr.edu.br

^{II}Departamento de Engenharia Mecânica – UFSC, Campus Trindade, 88040-900 Florianópolis, SC, Brasil
e-mail: ana@materiais.ufsc.br

RESUMO

Corpos de prova de aço inoxidável ISO 5832-1 foram nitretados em uma atmosfera de 90% vol. N₂ e 10% vol. H₂, a uma temperatura de 630° C. Os tempos de processamento estudados foram 1, 3 e 5 h. Utilizaram-se as seguintes técnicas de análise: difração de raios-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microdureza Vickers, além da análise da variação de massa. Os resultados evidenciaram o crescimento não difusivo da camada de compostos. O aumento do tempo, de 1 para 3 h, promove uma maior incorporação de nitrogênio na superfície do material promovendo a formação de fases mais ricas nesse elemento. Promove também o aumento da dureza e do ganho de massa, bem como crescimento da camada nitretada. Os processamentos realizados por 3 e 5 h apresentam resultados similares. Isto se deve à formação de uma camada superficial rica em nitretos que dificulta a entrada do nitrogênio para o interior da amostra.

Palavras chaves: Nitretação à plasma, aços inoxidáveis, ISO 5832-1.

Glow-discharge nitriding of ISO 5832-1 austenitic stainless steel: Influence of treatment time

ABSTRACT

Samples of stainless steel ISO 5832-1 were nitrided in gas mixture of 90% N₂ and 10% H₂ at a temperature of 630° C. The treatment time was selected in 1, 3 and 5 hours. Treated samples were characterized by means of X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and Vickers microhardness, besides the analysis of the mass variation. The results evidence the no diffusion growth of the compound layer. The increase time, of 1 for 3h, to cause a larger incorporation of nitrogen in the surface of the material accompanied of formation the richer phases in that element. Also cause the increase of hardness and mass, as well as growth of the nitrided layer. The processing accomplished by 3 and 5 h present similar results. This is due the formation of a rich superficial layer in nitrites that inhibits the entrance of nitrogen for the interior of the sample.

Keywords: Plasma nitriding, stainless steels, ISO 5832-1.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis autênticos são vastamente empregados na indústria por possuírem excelente resistência à corrosão; entretanto, dependendo do meio ao qual estão expostos, podem sofrer corrosão por pite e/ou frestas. Este fato, aliado a baixa dureza e propriedades tribológicas, limita sua aplicabilidade. Várias técnicas vêm sendo empregadas com o objetivo de melhorar as características superficiais destes aços, dentre elas, a nitretação por plasma [1–4].

Em geral a nitretação à plasma produz sobre a superfície do material tratado uma camada, conhecida como camada nitretada, composta por duas regiões. A mais externa é a camada branca ou de compostos. Logo abaixo se encontra a camada de difusão. Na camada de difusão o nitrogênio se encontra na forma intersticial e/ou na forma de precipitados de nitretos de ferro ou de elementos de liga. Esta camada é caracterizada pelo perfil de composição do elemento nitrogênio ao longo da profundidade da mesma [5].

Os parâmetros de processamento definem a constituição da camada de compostos dos aços inoxidáveis, podendo apresentar: nitretos de ferro do tipo Fe₄N (γ'), Fe₂₋₃N (ϵ); nitretos dos elementos de liga

do tipo M_nN_m , fase metaestável conhecida como austenita supersaturada ou expandida (γ_N). A camada pode apresentar somente uma ou mais destas fases [6, 7]. Utilizando-se temperaturas superiores a 500° C, a formação da fase CrN é favorecida. Tal precipitação promove o empobrecimento de cromo da matriz, reduzindo a resistência à corrosão, como conseqüência de dificultar a formação da camada passiva característica desses materiais [6, 7].

Via de regra os trabalhos sobre nitretação de aços inoxidáveis apresentam resultados para uma faixa de temperatura de 350 a 700° C e evidenciam uma dependência dos resultados com os parâmetros empregados tais como: concentração de elementos de liga do material tratado, tempo e temperatura de processamento e mistura gasosa utilizada [1-8]. Assumindo que existe uma relação íntima entre microestrutura e propriedades dos materiais, alterações nos parâmetros do processamento à plasma possibilitam a obtenção de camadas nitretadas com características diversas.

A grande maioria dos trabalhos publicados utilizando o plasma limita suas temperaturas de trabalho à faixa dos 500° C e poucas são as informações disponíveis sobre nitretação em temperaturas mais altas. A presente pesquisa objetiva estudar os efeitos do tempo de nitretação (1, 3 e 5 h) na microestrutura, morfologia e microdureza da camada nitretada do aço inoxidável austenítico ISO 5832-1, nitretado por plasma a 630° C, bem como avaliar o ganho de massa das amostras após os tratamentos. A escolha da temperatura empregada objetiva ainda a obtenção de camadas nitretadas de grande espessura, para as quais, em trabalho futuro, serão estudados parâmetros de solubilização visando à obtenção de camadas superficiais com alto teor de nitrogênio em solução sólida.

2 DETALHES EXPERIMENTAIS

Neste trabalho utilizou-se o aço inoxidável ISO 5832-1, com a seguinte composição química (% peso): 0,017 %C; 1,75% Mn; 0,35% Si; 17,8% Cr; 14,3% Ni; 2,76% Mo; 0,077% N e % Fe em balanço; sendo a estrutura original 100% austenítica.

Corpos de prova cilíndricos com 15,0 mm de altura foram obtidos a partir de uma barra de diâmetro 15,8 mm. Depois de cortados os corpos de prova foram preparados com emprego de lixas (até 1000 mesh) e polidos com uso de alumina em suspensão (1 μ m).

O processamento foi realizado em um reator provido de fonte pulsada pertencente ao Laboratório de Plasma da UTFPR. Antes de serem introduzidas no reator, as amostras foram submetidas a um processo de limpeza por ultra-som, em álcool durante um período de 2 horas de forma a eliminar contaminantes como gorduras provenientes do manuseio e óxidos. Após a montagem no reator fez-se vácuo até 0,133 Pa (10^{-3} Torr) e introduziu-se hidrogênio até a pressão de 799,93 Pa (6,0 Torr). Nesta pressão efetuou-se descarga de H_2 a 300° C, durante 1 hora com a finalidade de remover possíveis óxidos ainda existentes e a camada externa passiva característica dos aços inoxidáveis (sputtering de hidrogênio).

Todas as nitretações foram conduzidas à pressão de 1333 Pa (10 Torr), utilizando-se uma mistura gasosa de 90% N_2 / 10% H_2 . A temperatura de tratamento foi de 630° C e os tempos empregados foram: 1, 3 e 5 h. Após o processamento, as amostras foram resfriadas por convecção forçada na mistura até 300° C, seguido de resfriamento sob vácuo até a temperatura ambiente.

Após o processamento, as amostras foram cortadas longitudinalmente, embutidas em baquelite e preparadas metalograficamente, de modo a avaliar a morfologia e espessura da camada obtida, além da obtenção do perfil de microdureza. A morfologia da camada foi avaliada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) Philips XL30, sendo que o ataque empregado foi o eletrolítico utilizando-se ácido oxálico 10%. Para a medida da espessura da camada foi empregado um analisador de imagens (Image Pro-Plus) acoplado a um microscópio óptico. As medidas de microdureza foram feitas em um microdurômetro Shimadzu Microhardness Tester modelo HMV 2 equipado com ponteira Vickers. A carga empregada foi de 50 gf (0,50 N) e o tempo de aplicação de 15 s.

Análises por difração de raios-x foram realizadas para identificação das fases presentes em um difratômetro Philips - X'Pert utilizando-se radiação $CuK\alpha$ ($\lambda = 1,54060$), corrente de 30 mA e voltagem de 40 kV. A faixa angular de 20° a 120° (2 θ) foi investigada a uma velocidade de varredura do goniômetro de 0,05° / s. Foram feitas avaliações na superfície da camada, bem como em profundidade. Para a caracterização da camada em função de sua profundidade, realizou-se o desgaste progressivo da superfície da amostra. O desgaste foi realizado com lixas 400, 600 e 1000 mesh até atingir a região de análise requerida. A profundidade de desgaste foi controlada com um micrômetro com resolução 1 μ m.

A variação da massa das amostras foi acompanhada utilizando-se uma balança digital de precisão 0,001 g. Para todas as condições de processamento foram realizadas avaliações após a limpeza por ultra-som e finalizado o processamento. Realizou-se ainda um experimento específico para determinar a perda de massa associada ao sputtering de hidrogênio.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Morfologia e Microestrutura

As Figuras 1, 2 e 3 apresentam, respectivamente, a estrutura típica da camada nitretada para os tempos de 1, 3 e 5 h de processamento. Para todos os tempos de nitretação a transição entre a camada de compostos e o substrato é abrupta. Para o tempo de 1 h observa-se um pequeno ataque intergranular abaixo da camada de compostos (ver ponto 1 da Figura 1), o que indica a precipitação de fases ricas em cromo nesta região. Para os demais tempos de processamento este comportamento não se repete. Esta observação, aliada ao fato da não ocorrência de alteração da dureza, indica não se tratar de camada de difusão. Acredita-se que este fato ocorre devido maior coeficiente de difusão em contorno de grão.

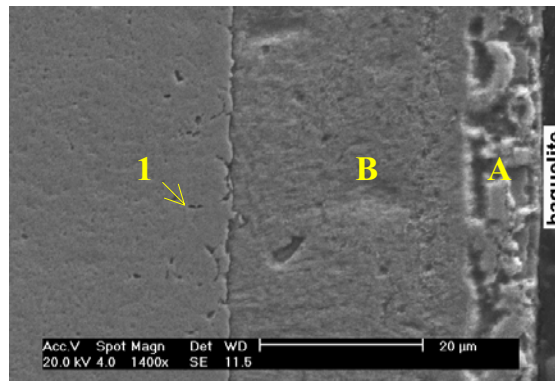


Figura 1: Micrografia do aço ISO 5832-1 nitretado por 1h.

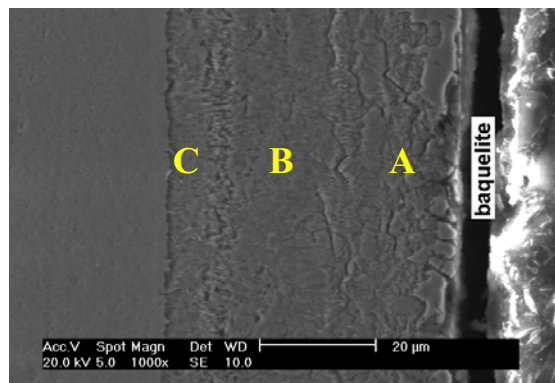


Figura 2: Micrografia do aço ISO 5832-1 nitretado por 3h.

A morfologia da amostra nitretada por 1 h (Figura 01) apresenta até uma profundidade de aproximadamente 07 µm, um aspecto poroso e irregular (ver região A). Esta morfologia foi observada no trabalho de GONTIJO *et al* [8] e foi associada à presença da fase γ_N . Análise posterior por difração de raios-x realizada na superfície desta amostra confirma a presença desta fase. O restante da camada apresenta morfologia homogênea com transição abrupta para o substrato (região B).

Para as amostras nitretadas por 3 e 5 h (Figuras 2 e 3) as morfologias das camadas são bastante semelhantes e é possível observar alterações em função de sua profundidade. É possível identificar três tipos de morfologia. A primeira vai da superfície até aproximadamente 23 µm para a amostra nitretada por 3 horas e 26 µm para a de 5h (região A). Abaixo desta vê-se uma segunda morfologia que vai até aproximadamente 41 µm para ambos os tempos de processamento (região B) e por fim uma terceira morfologia até o final da camada nitretada (região C). Estas diferenças são atribuídas à distribuição do nitrogênio ao longo da camada, conforme os resultados das análises por DRX em função da profundidade.

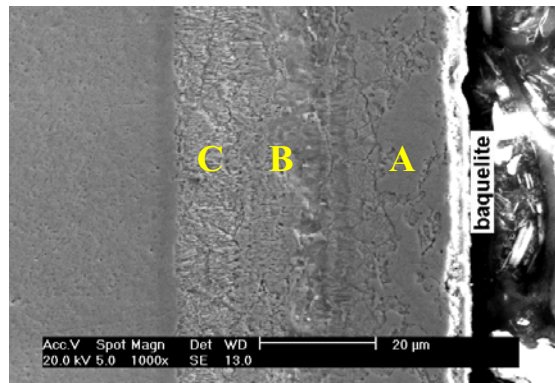


Figura 3: Micrografia do aço ISO 5832-1 nitretado por 5h.

3.2 Evolução da Camada Nitretada

A espessura média das camadas é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1: Espessura da camada nitretada x Tempo de nitretação.

Tempo	Espessura [μm]
1 hora	40 ± 3
3 horas	50 ± 2
5 horas	52 ± 4

Conforme já discutido, a camada nitretada apresentou apenas a porção referente à camada de compostos, não sendo identificada camada de difusão.

O crescimento da camada composta ocorre de maneira muito rápida no início do processo, tendendo a estacionar depois de determinado período (Figura 4). Isto ocorre porque no início do processo a concentração de Fe na superfície da amostra é muito elevada, o que leva a formação imediata de grande quantidade de nitretos na superfície da amostra. Com o decorrer do tempo de nitretação, a concentração de Fe na superfície diminui, pois a mesma fica encoberta por uma camada de nitretos, ocorrendo uma diminuição na taxa de crescimento desta.

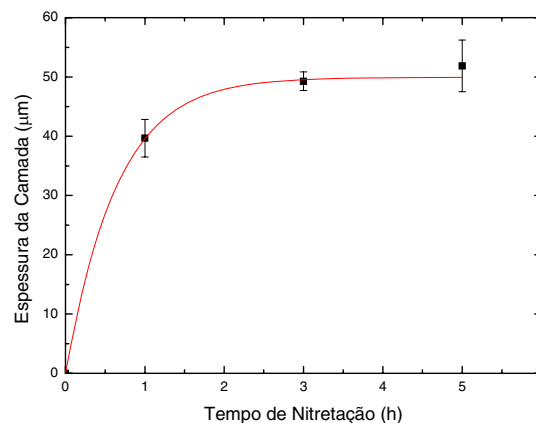


Figura 4: Espessura da camada x Tempo de nitretação.

As medidas de espessura das camadas de compostos, em função do tempo de nitretação, permitiram concluir que o crescimento não é regido por um processo difusional simples para a temperatura de 630°C

(Figura 5). Para um processo meramente difusional, o crescimento da camada é proporcional à raiz quadrada do tempo, conforme descreve o trabalho de LIANG *et al* [10]. Para o presente trabalho, observa-se que não existe uma proporcionalidade entre a espessura de camada e a raiz quadrada do tempo, indicando um processo não difusivo.

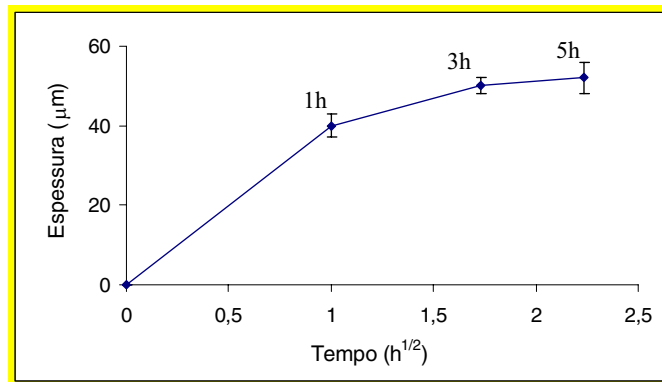


Figura 5: Espessura da camada x (Tempo de nitretação)^{1/2}.

3.3 Análise de Fases por Difração de Raios-x - Superfície.

Para todos os tempos de nitretação houve formação de nitreto de cromo (CrN), o que está em conformidade com resultados já publicados [1-3, 5, 7]. Deve-se considerar que a temperatura utilizada é superior a 500° C, produzindo assim a precipitação deste nitreto.

As Figuras 6 e 7 apresentam, respectivamente, os difratogramas obtidos para o material conforme fornecido e nitretado por 1 h.

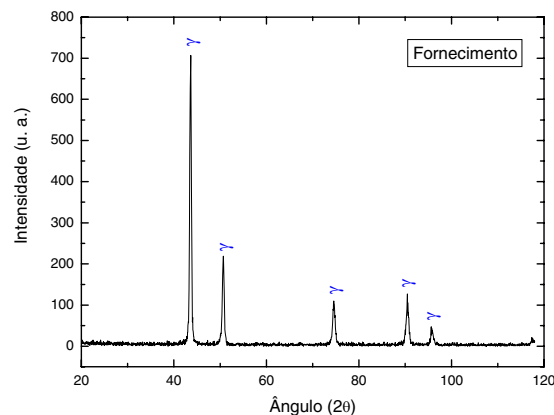


Figura 6: Difratograma do aço ISO 5832-1 conforme fornecido.

A análise do espectro de Raios-x da Figura 6 permite concluir que o material utilizado apresentava apenas a fase gama.

Comparando-se as Figuras 6 e 7 (estado de fornecimento e nitretado por 1 h) nota-se que a posição dos picos de austenita sofrem ligeiro deslocamento para posições de menor ângulo e que os picos apresentam-se mais espessos na amostra nitretada por 1 h. Este comportamento vem sendo associado à presença da fase metaestável denominada austenita expandida (γ_N) e também foi descrito no trabalho de LARISCH *et al* [1]. Este fato indica uma expansão do parâmetro de reticulado da austenita devido à formação de uma solução sólida intersticial com o nitrogênio.

Para a amostra nitretada por 3 h o difratograma (Figura 8) indica o desaparecimento da fase γ_N e em contrapartida surge à fase nitreto de ferro Fe_4N (γ'). A presença desta fase comprova que o aumento do tempo de nitretação, de 1 para 3 h, leva a uma maior incorporação de nitrogênio na superfície do material.

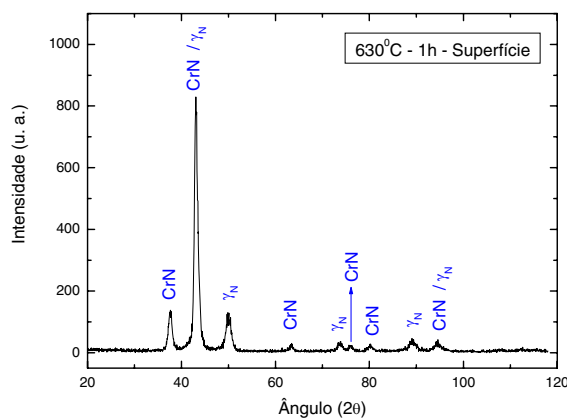


Figura 7: Difratograma do aço ISO 5832-1 nitretado por 1h.

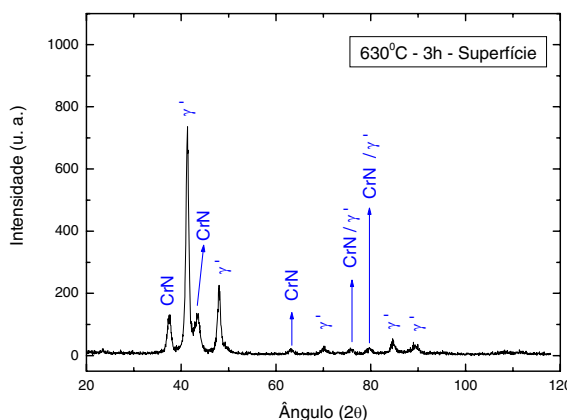


Figura 8: Difratograma do aço ISO 5832-1 nitretado por 3h.

A comparação da intensidade dos picos da fase CrN em $2\theta = 37,54$ e $2\theta = 63,54$, obtidos das Figuras 7 e 8, permite verificar que não ocorre variação significativa na quantidade formada desta fase para os tempos de 1 e 3 h de processamento.

O difratograma da amostra processada por 5 h, Figura 9, exhibe novamente picos correspondentes à fase γ_N , acompanhada do nitreto de ferro Fe_4N (γ') e do Nitreto de Cromo (CrN).

Efetuada a análise da intensidade dos picos correspondentes a fase CrN para as amostras nitretadas a 3 e 5 horas conclui-se que também não ocorre variação na quantidade formada desta fase, ou seja, a quantidade da fase CrN na superfície não se alterou com os tempos utilizados neste trabalho.

Não havendo variação na quantidade de CrN, o aparecimento da fase γ_N só pode estar associado a uma “perda” de nitrogênio na superfície da amostra. Esta “perda” pode ser entendida pelo mecanismo de formação da camada nitretada proposto por Kölbel (modelo de Kölbel) descrito no trabalho de EDENHOFER [9]. Neste mecanismo ocorre a formação de nitretos no estado vapor e condensação na superfície do cátodo (amostra). No início do processo a concentração de Fe na superfície da amostra é muito elevada, o que leva a formação imediata de grande quantidade de nitretos na superfície da amostra. Com o decorrer do tempo de nitretação, a concentração de Fe na superfície diminui, pois a mesma fica recoberta por uma camada de nitretos. A partir deste ponto, onde se tem uma elevada concentração de nitrogênio na superfície, ocorre a difusão do mesmo para o volume da amostra, ocasionando assim uma “perda” de

nitrogênio na superfície, ou seja, a partir de um certo tempo de nitretação o crescimento da camada se dá, em parte, às custas do nitrogênio já incorporado superficialmente.

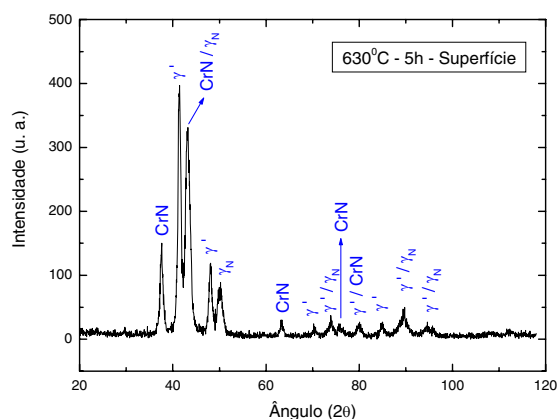


Figura 9: Difratoograma do aço ISO 5832-1 nitretado por 5h.

3.4 Análise de Fases por Difração de Raios-x - Profundidade

Com base nas diferenças morfológicas observadas em função da profundidade das camadas, obtidas a partir das imagens do MEV, realizaram-se análises por DRX nas profundidades (distância da superfície) indicadas na Tabela 2.

Tabela 2: Profundidades de realização da DRX.

Tempo	1ª Análise	2ª Análise	3ª Análise
1 hora	Superfície	25 ± 1 μm	---
3 horas	Superfície	35 ± 1 μm	50 ± 1 μm
5 horas	Superfície	35 ± 1 μm	50 ± 1 μm

Na análise superficial identificou-se, para a amostra processada por 1 h, as fases γ_N e CrN, ver difratograma da Figura 7. O difratograma obtido para a profundidade de 25 μm, portanto na região correspondente a segunda morfologia da camada, é apresentado na Figura 10.

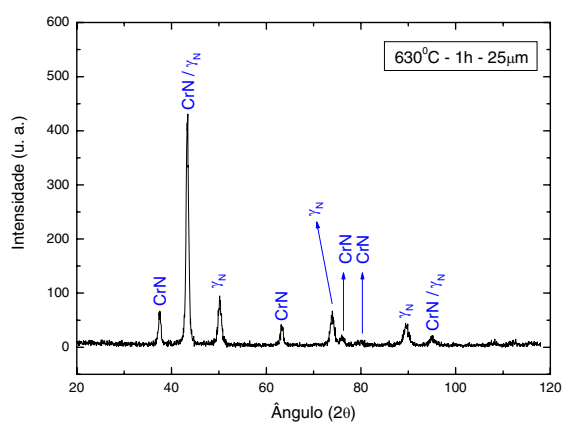


Figura 10: Difratoograma (25 μm) do aço ISO 5832-1 nitretado por 1h.

A análise do difratograma da Figura 10 permite observar que as fases presentes na profundidade de 25 μm são as mesmas identificadas na superfície. Nota-se, porém, que os picos correspondentes à fase γ_{N} apresentam-se mais delgados, indicando uma menor saturação de nitrogênio. A avaliação da relação de intensidade dos picos das fases γ_{N} / CrN indica também uma menor quantidade da fase CrN na profundidade de 25 μm quando comparado à superfície. Estas observações permitem concluir que existe um gradiente de nitrogênio que decai à medida que se aumenta a profundidade em relação à superfície. Além da distribuição do nitrogênio ao longo da camada, outra justificativa para as diferenças morfológicas encontradas pode ser atribuída às interações do plasma com a superfície da amostra.

Na análise realizada nas amostras processadas por 3 h a existência do gradiente de nitrogênio da superfície para o interior da amostra fica ainda mais evidenciada. Na superfície verificou-se a presença do Nitreto de Ferro Fe_4N (γ') (ver Figura 8), já para a análise realizada a 35 μm (região correspondente à segunda morfologia), ao invés desse constituinte, observa-se a presença da fase γ_{N} (ver Figura 11). Esta fase é mais pobre em nitrogênio do que a primeira. Observa-se também, através de uma análise qualitativa baseada na intensidade dos picos, que a quantidade de CrN diminuiu em relação à superfície. Para o estudo realizado a 50 μm da superfície, ver difratograma da Figura 12, constata-se a presença, além do Nitreto de Cromo (CrN), da fase austenita (γ). Por tratar-se de uma análise realizada quase no limite da camada nitretada, e ainda considerando-se a profundidade de interação do feixe, a presença de austenita se deve, além da baixa concentração de nitrogênio nesta região, à fase correspondente ao substrato. Nesta análise também é possível verificar que a quantidade de CrN diminuiu em relação ao estudo realizado a 35 μm .

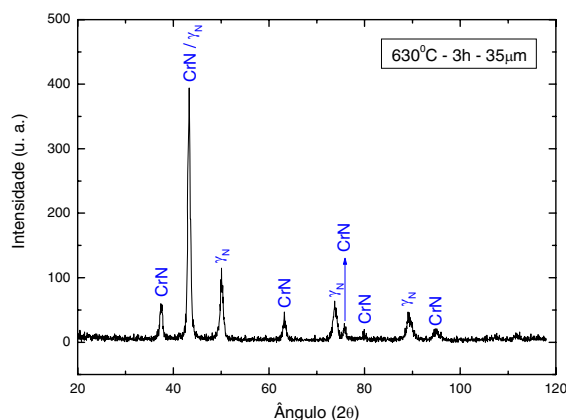


Figura 11: Difratograma (35 μm) do aço ISO 5832-1 nitretado por 3h.

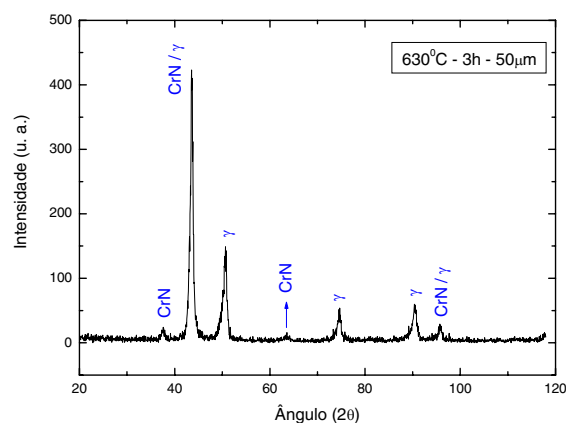


Figura 12: Difratograma (50 μm) do aço ISO 5832-1 nitretado por 3h.

Os resultados do estudo por DRX para as amostras processadas por 5 h são sumarizados pelos difratogramas apresentados nas Figuras 13, para a profundidade de 35 μm , e Figura 14, para a profundidade de 50 μm .

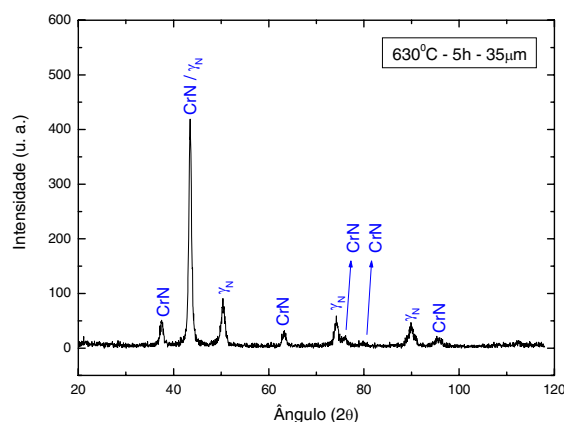


Figura 13: Difratograma (35 μm) do aço ISO 5832-1 nitretado por 5h.

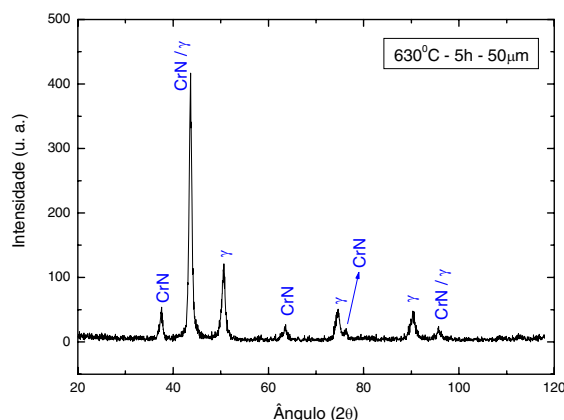


Figura 14: Difratograma (50 μm) do aço ISO 5832-1 nitretado por 5h.

Os resultados apresentam uma grande similaridade com os das amostras processadas por 3 h, onde se observa, com o aumento da profundidade, a presença de fases cada vez mais pobres em nitrogênio: $\gamma' \Rightarrow \gamma_N \Rightarrow \gamma$, além de uma diminuição da quantidade de Nitreto de Cromo (CrN).

A Tabela 3 traz um resumo das fases identificadas na análise de DRX para os diversos tempos de processamento e para as diversas profundidades analisadas. As fases identificadas em negrito correspondem às fases predominantes para cada condição estudada.

3.5 Variação de Massa

A variação da massa das amostras nitretadas está associada a dois fenômenos concorrentes: a absorção de nitrogênio, associada à termodinâmica do sistema Fe-Cr-N, e a perda de massa pelo fenômeno de pulverização catódica.

A perda de massa por pulverização catódica se deve ao bombardeamento de íons e partículas rápidas sobre a superfície da amostra e está diretamente vinculada a temperatura de processamento. Temperaturas mais altas implicam em um aumento da largura do pulso da fonte de voltagem, ocasionando um maior tempo de bombardeamento da superfície da amostra.

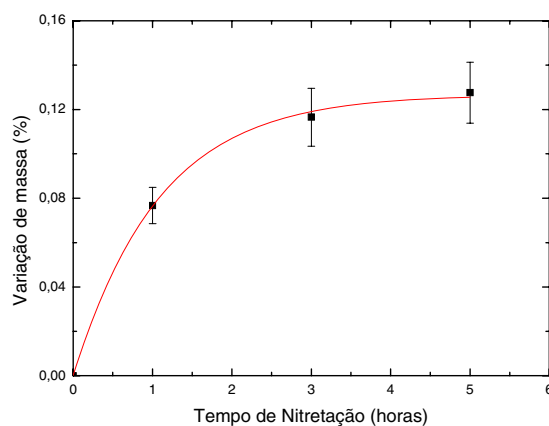
Tabela 3: Fases identificadas na análise de DRX.

Tempo (h)	Profundidade (μm)	Fases
1	Superfície	CrN, γ_N
1	25	CrN, γ_N
3	Superfície	CrN, γ'
3	35	CrN, γ_N
3	50	CrN, γ
5	Superfície	CrN, γ_N , γ'
5	35	CrN, γ_N
5	50	CrN, γ

No presente estudo é possível uma análise qualitativa da variação de massa em função do tempo de processamento, visto que a temperatura empregada nos processamentos foi a mesma e, por conseguinte, não houve alterações na termodinâmica do sistema empregado e na taxa de pulverização catódica.

As medidas de massa realizadas após a etapa de sputtering de hidrogênio não mostraram variações em relação à condição inicial de processamento. Considerou-se, então, que a variação entre a etapa de limpeza por ultra-som e a condição pós-processamento está associada à absorção de nitrogênio durante a nitretação. Esta consideração não levou em conta a perda de massa por pulverização durante a etapa de nitretação.

A Figura 15 apresenta a variação percentual de massa obtida para os diferentes tempos de processamento.

**Figura 15:** Variação percentual de massa x Tempo de nitretação.

A variação de massa, assim como o crescimento da camada, é rápida no início do processo tendendo a estacionar depois de determinado período. Este comportamento pode ser justificado de maneira similar ao já explicado para o crescimento da camada.

Considerando-se o ganho de massa como sendo relativo ao nitrogênio incorporado no processo e levando-se em consideração a espessura da camada, avaliou-se, de modo qualitativo, o teor de nitrogênio incorporado para os três tempos de processamento. Esta análise indicou que a concentração cresce de 1 para 3 horas de processamento a partir do que estabiliza, não tendo alteração significativa para 5 horas de processamento. Estes resultados concordam com os apresentados na análise de fases por DRX.

3.6 Microdureza

Medidas de microdureza Vickers foram realizadas nas amostras em função da espessura da camada nitretada e são apresentadas na Figura 16.

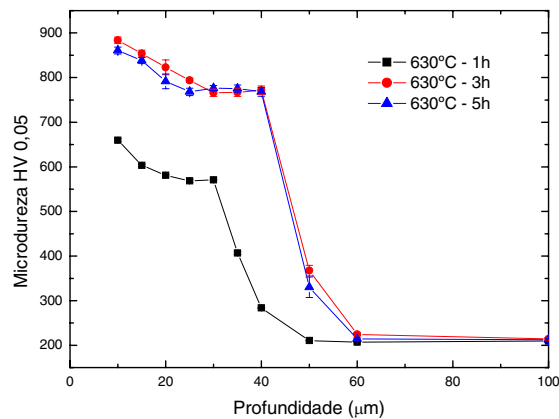


Figura 16: Perfil de microdureza Vickers das amostras nitretadas nos diferentes tempos.

Analisando-se a Figura 16 observa-se o aumento da microdureza e ampliação da profundidade de endurecimento ocorrendo no início do processo, tendendo a estabilizar-se para tempos mais longos. O acréscimo nos valores de microdureza está associado à concentração de nitrogênio e, conseqüentemente, às fases presentes e suas quantidades. Para 1h de tratamento tem-se a formação, além do nitreto de cromo, da fase γ_N . Para 3h de tratamento a fase γ_N dá lugar ao nitreto γ' (Fe_4N) que, por apresentar maior valor de microdureza, justifica a alteração observada no perfil de microdureza.

Os valores de microdureza encontrados para os tempos de 3 e 5 h são bastante similares e podem, de acordo com a norma ABNT [11], ser considerados iguais. Estes resultados corroboram os resultados obtidos nas análises de: morfologia de camada, DRX, evolução da camada nitretada e variação de massa; permitindo concluir que a formação inicial de uma camada superficial rica em nitretos inibe a progressiva entrada de nitrogênio para o interior da amostra.

4 CONCLUSÕES

Amostras de aço inoxidável ISO 5832-1 foram nitretadas a 630^o C durante 1, 3 e 5 h. Análises utilizando: MEV, DRX, Microdureza e Avaliação de Massa, permitem as seguintes conclusões:

1. As camadas nitretadas apresentaram somente região correspondente à zona de compostos;
2. As camadas nitretadas apresentaram alterações em sua morfologia ao longo de sua espessura, sendo que estas diferenças foram associadas a um gradiente de nitrogênio existente da superfície para o interior da amostra;
3. O crescimento da camada de compostos ocorre de maneira muito rápida no início do processo, tendendo a estacionar depois de determinado período, sendo que o mesmo não é regido por um processo difusional simples;
4. A taxa de variação de massa, assim como a de crescimento da camada, são decrescentes com o tempo;
5. Maiores tempos de nitretação propiciam um aumento na concentração superficial de nitrogênio para até 3 h de processamento;
6. A microdureza superficial e a profundidade de endurecimento aumentam para até 3 h de processamento;
7. Os processamentos realizados por 3 e 5 h apresentaram resultados similares. Isto se deve a formação de uma camada superficial rica em nitretos a qual inibe a progressiva entrada de nitrogênio para o interior da amostra.
8. Para tempos maiores de nitretação, quando formada uma camada rica em nitretos sobre a superfície da amostra, o crescimento da camada se dá, em parte, pela difusão de nitrogênio já incorporado.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer a Villares Metals pela doação do material empregado na pesquisa.

6 REFERÊNCIAS

- [1] LARISCH, B., BRUSKY, U., SPIES, H.J., “Plasma nitriding of stainless steels at low temperatures”, *Surface and Coatings Technology*, v.116-119, pp. 205-211, 1999.
- [2] MENTHE, E., RIE, K.T., “Further investigation of the structure and properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding”, *Surface and Coatings Technology*, v.116-119, pp. 199-204, 1999.
- [3] SOUZA, S.D., OLZON-DIONYSIO, M., MIOLA, E.J., PAIVA-SANTOS, C.O., “Plasma nitriding of sintered AISI 316L at several temperatures”, *Surface and Coatings Technology*, v.184, pp. 176-181, 2004.
- [4] MENTHE, E., BULAK, A., OLFE, J., ZIMMERMANN, A., RIE, K.T., “Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding”, *Surface and Coatings Technology*, v. 133-134, pp. 259-263, 2000.
- [5] SUNDARARAMAN, D., KUPPUSAMI, P., RAGHUNATHAN, V.S., “A study of plasma-nitrided AISI 316 stainless steel”, *Surface and Coatings Technology*, v. 30, pp. 343-354, 1987.
- [6] LIANG, W., JUNCAI, S., XIAOLEI, X., “Low pressure plasma arc source ion nitriding compared with glow-discharge plasma nitriding of stainless steel”, *Surface and Coatings Technology*, v. 145, pp. 31-37, 2001.
- [7] LIANG, W., “Surface modification of AISI 304 austenitic stainless steel by plasma nitriding”, *Applied Surface Science*, v. 211, pp. 308-314, 2003.
- [8] GONTIJO, L.C., MACHADO, R., MIOLA, E.J., CASTELETTI, L.C., NASCENTE, P.A.P., “Characterization of plasma-nitrided iron by XRD, SEM and XPS”, *Surface and Coatings Technology*, v. 183, pp. 10-17, 2004.
- [9] EDENHOFER, B., “Physical and metallurgical aspects of ionitriding – Part 1”, *Heat Treatment of Metals*, v. 2, pp. 23-28, 1974.
- [10] LIANG, W., SHIJUN, J., JUNCAI, S., “Effect of nitriding time on the nitrided layer of AISI 304 austenitic stainless steel”, *Surface and Coatings Technology*, v. 200, pp. 5067-5070, 2006.
- [11] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *Materiais metálicos – Dureza Vickers – Parte 1: Medição da dureza Vickers: NBR NM 188 – 1*, Rio de Janeiro, 1999, p. 11.