

# CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO H13 COM TRATAMENTO DUPLEX<sup>1</sup>

*Luciane Yumi Suzuki<sup>2</sup>  
Irielson Antônio Bassani<sup>2</sup>  
Ricardo Diego Torres<sup>2</sup>*

## **Resumo**

Neste projeto está sendo investigada a relação entre a espessura da camada nitretada e revestida com TiAlN e as propriedades mecânicas da camada duplex. Na primeira etapa do projeto foram produzidas camadas nitretadas com 30, 60 e 90 µm em substrato de aço H13. As fases formadas na nitretação foram identificadas com auxílio de um difratômetro de raio X. As fases formadas nas três camadas nitretadas foram basicamente às mesmas, entretanto as camadas com 30 e 90 µm apresentaram picos referentes à camada de compostos com maior intensidade do que a amostra com 60 µm de espessura. Em uma segunda etapa realizou-se a deposição, por PAPVD, do revestimento de TiAlN nas amostras nitretadas. As camadas depositadas de TiAlN foram de 3,5 e 8 µm. As medidas de nanodureza realizadas nas superfícies com tratamento duplex revelaram que as amostras nitretadas e revestidas com 8 µm de TiAlN apresentaram dureza superior as amostras com 3,5 µm de TiAlN.

**Palavras-chave:** Nitretação; Dureza; Difração de raio-X; PAPVD; TiAlN.

## **MECHANICAL CHARACTERIZATION OF H13 STEEL WITH DUPLEX TREATMENT**

### **Abstract**

This study investigated the relation between nitriding thickness and TiAlN coating, and duplex layer mechanical properties. Samples were produced with 30µm, 60µm and 90µm thick nitriding layer in H13 steel. The phases formed in nitriding were identified with X-ray diffraction. Basically, in the 30µm, 60µm and 90µm samples the same phase was formed, but in the 30µm and 90µm samples we observed peaks related to the composites layer with more intensity than the 60µm sample. After the nitriding, PAPVD TiAlN coating was deposited with two different thickness (3.5µm and 8µm). The nanoindentation hardness results in the duplex-treated samples showed that the samples with a 8µm thickness coating had a bigger hardness than the 3.5µm thickness coated samples.

**Key words:** Nitriding; Hardness; X-ray diffraction; PAPVD; TiAlN.

---

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

<sup>2</sup> *Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica – PPGEM/Pontifícia Universidade Católica do Paraná – PUC-PR*

# 1 INTRODUÇÃO

Na indústria metal-mecânica é comum à obtenção de peças a partir da injeção ligas metálicas. Este processo alia o excelente acabamento das peças a elevados níveis de produtividade. São utilizados moldes permanentes confeccionados em aços ferramentas para trabalho a quente. O processo de fabricação de um molde de injeção envolve uma série de etapas que começa com a seleção do aço, passando pelo processo de usinagem e finalmente o tratamento térmico.

A obtenção de peças de alumínio é um dos processos de fundição mais utilizado pela indústria metal-mecânica. Os moldes para injeção de alumínio devem ter um excelente acabamento superficial, tolerâncias dimensionais que permitam obtenção de peças que atendam as especificações de qualidade e, finalmente, integridade metalúrgica.<sup>(1)</sup> A integridade metalúrgica de um molde é fundamental, pois o mesmo é submetido a ciclos de aquecimento e resfriamento e, também, exposto a um meio agressivo. A agressividade do alumínio líquido é um aspecto importante, pois o alumínio líquido interage com ferro dissolvendo este elemento ou formando uma série de fases intermetálicas. Estes dois mecanismos de interação fazem com que o molde perca sua qualidade superficial, gerando defeitos da peça injetada.<sup>(1-8)</sup>

Um outro mecanismo de falha de moldes é a erosão. A erosão ocorre quando o metal líquido é injetado com uma alta velocidade no molde, produzindo o arrancamento de pequenos pedaços da ferramenta.<sup>(3-6)</sup> A resistência a fadiga térmica aumenta com o aumento da resistência mecânica, ou seja, quanto maior a dureza maior será a resistência a fadiga do molde. Os níveis de dureza dos aços para trabalho a quente variam de 47 a 52 HRC (500 a 600 Vickers).<sup>(7)</sup> Os tratamentos térmicos de têmpera e revenimento desempenham um papel fundamental no que diz respeito à obtenção de uma dureza adequada, pois com estes tratamentos o teor de austenita retida será inferior a 5% ou inexistente.

Outra alternativa para aumento de resistência é a nitretação, que produz um aumento da dureza superficial a valores em torno de 1000 Vickers e, adicionalmente, introduz tensões compressivas na superfície. As tensões compressivas, aliadas ao aumento da resistência mecânica, retardam o processo de falha do molde por fadiga térmica. Com efeito, um molde para injeção pode ser simplesmente temperado e revenido ou temperado, revenido e nitretado.

Uma terceira alternativa para aumentar a vida de moldes e matrizes é a deposição de um revestimento sobre a camada nitretada, conhecido no meio técnico científico como tratamento duplex.<sup>(4)</sup> Este revestimento são geralmente obtidos por PAPVD (*Plasma Assisted Physical Vapor Deposition*). Muitos trabalhos científicos abordaram os efeitos da deposição de TiN sobre superfícies nitretadas. Um dos revestimentos em estudo é o TiAlN, pois possui uma boa estabilidade térmica em temperaturas superiores a temperatura de fusão do alumínio.<sup>(1,5-9)</sup> A principal função da aplicação do revestimento é a de isolar o aço das condições severas que o mesmo é submetido quando em contato com alumínio líquido. Neste projeto o objetivo é determinar o efeito da espessura da camada nitretada e a espessura do revestimento sobre as propriedades mecânicas do conjunto.<sup>(10)</sup>

## 2 MATERIAL E MÉTODO

Foram confeccionadas corpos de prova com as seguintes dimensões: diâmetro 25,4mm e 10mm de altura. As amostras de aço H13 foram temperadas e revenidas alcançando uma dureza na faixa de 43-46HRC, após este tratamento térmico os corpos de prova foram separados em três grupos. O primeiro grupo de amostras recebeu uma camada nitretada de 30 $\mu\text{m}$ , o segundo grupo recebeu uma camada nitretada de 60 $\mu\text{m}$  e o terceiro grupo uma camada nitretada de 90 $\mu\text{m}$ . Após o processo de nitretação gasosa cada um dos grupos foi dividido em dois subgrupos. O primeiro subgrupo de cada um dos grupos foi revestido com TiAlN com camada de 3,5 $\mu\text{m}$  e o segundo subgrupo foi revestido com camada de TiAlN de 8 $\mu\text{m}$ . Nas amostras, realizou-se os estudos de Raio-X, microdureza da camada nitretada e nanodureza da camada revestida. O perfil de microdureza foi realizado em um microdurômetro modelo Shimadzu. Analisou-se a região transversal das amostras nitretadas com 30 $\mu\text{m}$ , 60 $\mu\text{m}$  e 90 $\mu\text{m}$ . A distância entre duas medidas de dureza foi de 0,04mm e a carga aplicada foi de 50g. A análise de Raio-X foi realizada em um equipamento X'Pert MPD (W3373 100). A potência do Raio-X foi de 1600W, a faixa angular estudada foi de 30 a 90°, sendo a variação de 0,05°/passo no tempo de 2 segundos. A fonte de raio X foi um alvo de cobre, com comprimento de onda de 1.5418Å.

Nas amostras revestidas com 3,5 $\mu\text{m}$  e 8 $\mu\text{m}$  foi determinada a nanodureza, utilizando o equipamento Nanoindenter XP MTS. A profundidade da indentação foi de 1 $\mu\text{m}$ .

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

O perfil de microdureza foi realizado nas amostras nitretadas e o resultado está sendo apresentado na Figura 1.

Os resultados de microdureza são mostrados na Figura 1.

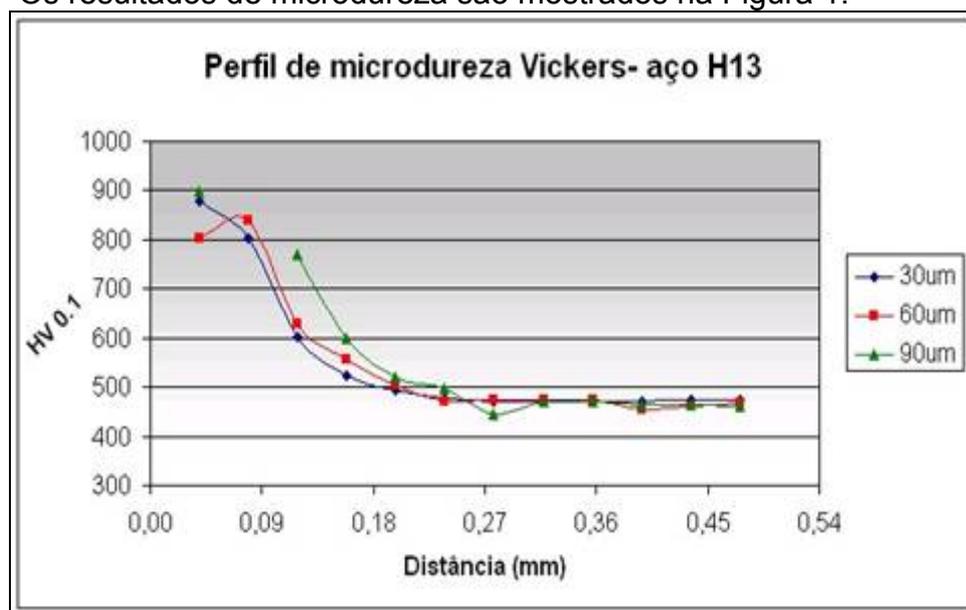


Figura 1 – Dureza em função da espessura da camada nitretada.

Observa-se que ocorre uma diminuição da dureza com o aumento da profundidade. (distância). Observa-se também uma homogeneidade nos valores obtidos nas amostras de 30 $\mu$ m, 60 $\mu$ m e 90 $\mu$ m. O núcleo das amostras nitretadas com 30 $\mu$ m, 60 e 90 $\mu$ m possuem a dureza do material base, aço H13 que é de 475HV. Os perfis de microdureza obtidas no processo de nitretação mostraram que as espessuras de camada estão entre 250 $\mu$ m a 300 $\mu$ m. A amostra de 60 $\mu$ m foi a que apresentou a maior valor de microdureza (924HV) na distância de 0,04mm se comparada às amostras de 30 $\mu$ m e 90 $\mu$ m (719HV e 752HV, respectivamente). Ao contrário do esperado a maior camada nitretada não ficou relacionada com os maiores valores de microdureza. Os resultados de raio-X são mostrados nas Figuras 2, 3 e 4. Nestes resultados, observa-se a formação de picos de Fe, FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>N e Fe<sub>4</sub>N.

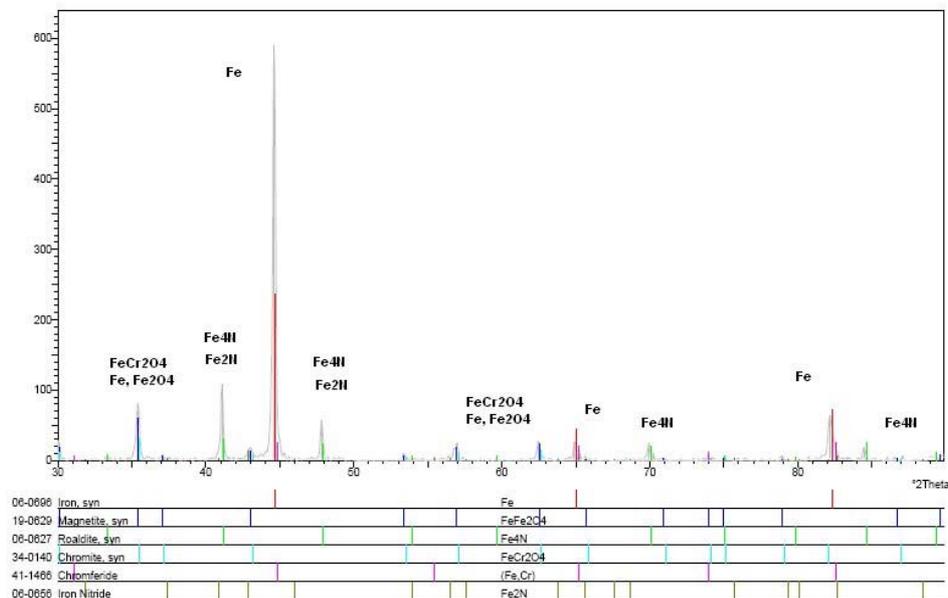


Figura 2 – Raio X da camada nitretada com 30 $\mu$ m.

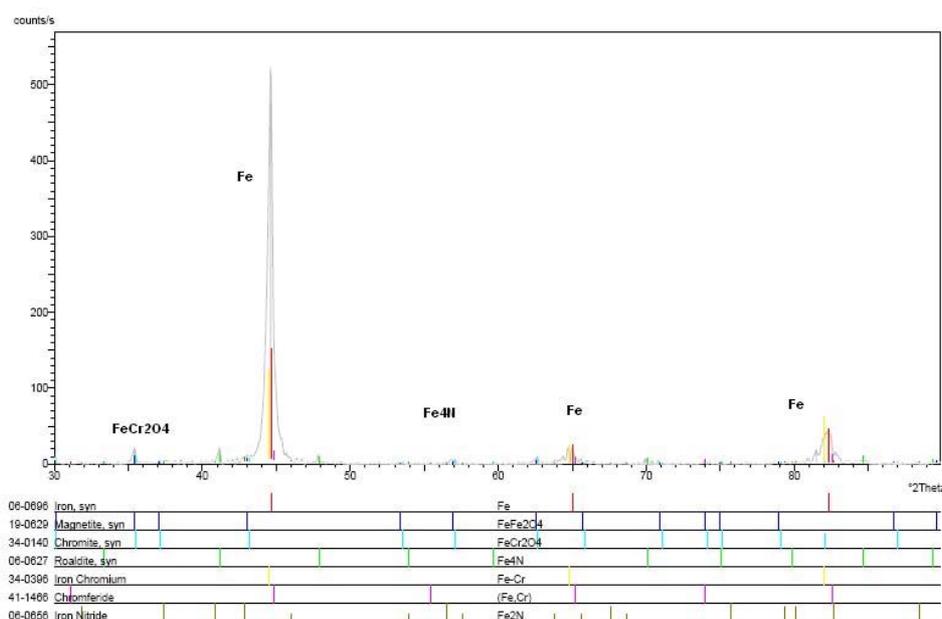
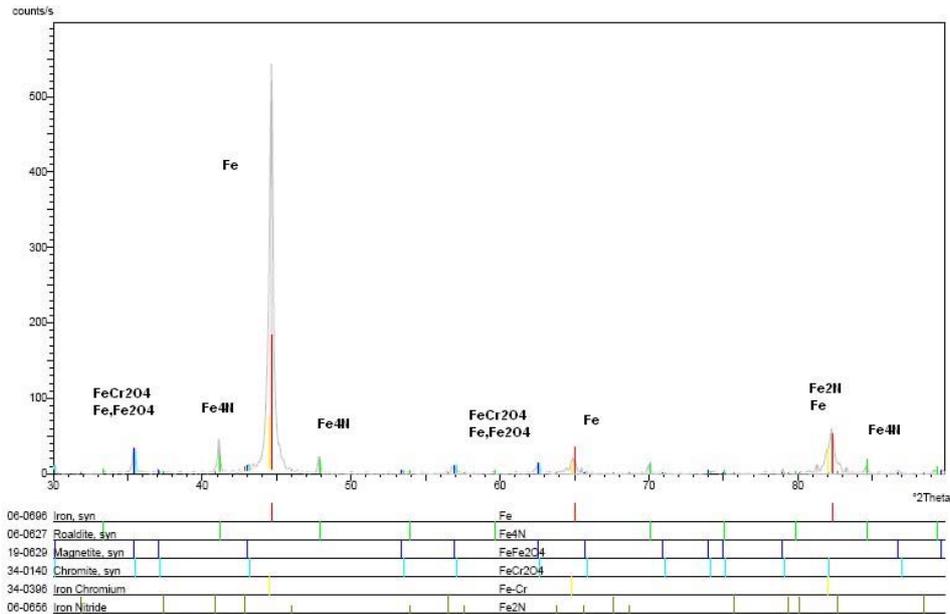


Figura 3 – Raio X da camada nitretada com 60 $\mu$ m.

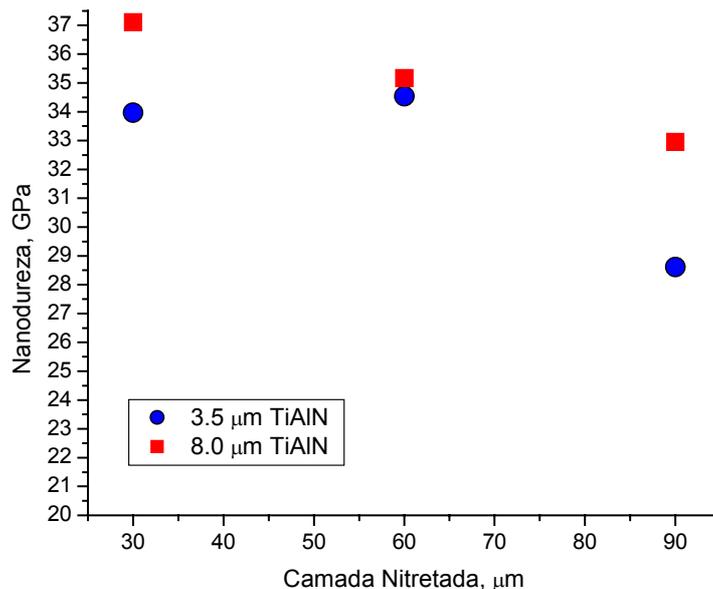


**Figura 4** – Raio X da camada nitretada com 90 $\mu$ m.

Através da difração de Raio-X se observa a formação de duas fases muito distintas  $Fe_2N$  e  $Fe_4N$ . Estas fases caracterizam a formação da camada branca nas amostras analisadas. A fase  $Fe_4N$  é também conhecida como fase  $\gamma'$ , Do diagrama Fe-N se extrai que esta fase é o resultado de concentrações excedentes de 5,5% (em peso) de nitrogênio (N). A outra fase formada,  $Fe_2N$ , é caracterizada por sua fase  $\epsilon$  e consiste em um microconstituente duro e é uma fase indesejável.

Observou-se pela difração de Raio-X uma mistura destes dois microconstituintes. Abaixo da camada branca, observam-se a formação de uma camada de difusão constituída por nitretos formadores pela reação do nitrogênio com elementos de maior afinidade. Neste caso, identificado como o Cromo: Fe-Cr e  $FeCr_2O_4$ .

Com relação aos resultados observados, verifica-se que na amostra de 60 $\mu$ m a formação da camada branca foi menor do que as espessuras de 30 e 90 $\mu$ m. Na Figura 5 é observado os resultados de dureza das amostras revestidas com diferentes espessuras 3,5 $\mu$ m e 8 $\mu$ m. Ambas as curvas são decrescentes, tendendo a valores menores com uma maior camada nitretada. Entretanto, ressalta-se que na amostra revestida com TiAlN com 3,5 $\mu$ m de espessura os valores para a nitretação de 30 e 60 $\mu$ m ficaram bastante semelhantes.



**Figura 5** – Nanodureza em função da espessura da camada revestida

Uma possível explicação para o decréscimo da nanodureza é a variação da aderência de revestimento duplex em função do tempo de nitretação gasosa. A aderência da camada nitretada é prejudicada com o aumento do tempo de nitretação devido ao amolecimento superficial do substrato e, para tempos ainda mais longos, pela presença da camada branca. Quanto maior a camada nitretada mais tempo foi necessário para que a camada fosse formada. Portanto, a amostra de 30μm tende a possuir uma maior dureza do revestimento de TiAlN devido ao menor tempo que foi submetido a nitretação gasosa.

Os maiores valores foram nas amostras revestidas em uma camada de 8μm em relação às amostras de 3,5μm. Provavelmente houve uma maior adesão camada nitretada – filme neste caso.

#### 4 CONCLUSÕES

Após os resultados de Raio-X, verificou-se a presença da camada branca nas amostras de 30, 60 e 90μm de espessura nitretada.

Dos resultados de dureza observa-se que o melhor resultado obtido foi na amostra de 90μm de camada nitretada.

Nas amostras revestidas com TiAlN com 3,5μm e 8μm, os resultados de dureza mostraram que os maiores valores foram nas amostras de 30μm de camada nitretada e 8μm de camada revestida.

## REFERÊNCIAS

- 1 YOUNG, W. "Die casting die failure and its prevention" Precision metal, march 1979.
- 2 STARLING, C.M.D. BRANCO, J.R.T. "Thermal fatigue of hot work tool steel with hard coating". Thin solid films, v.308, p. 436-442, 1997.
- 3 DINGREMONT, N., BERGMANN, E., COLLIGNON, P. "Application of duplex coatings for metal injection moulding". Surface and Coatings Technology v. 72, p. 157-162, 1995.
- 4 KLIMEK, K.S.; AHN, H.; SEEBACH, I.; WANG, M.; RIE, T. "Duplex process applied for die casting and forging tools". Surface and Coating Technology, v.174, p. 677-680, 2003.
- 5 MA, L. W.; CAIRNEY, J. M.; HOFFMAN, M. J.; MUNROE, P. R. "Deformation and fracture of TiN and TiAlN coatings on a steel substrate during nanoindentation". Surface and Coating Technology, v. 200, p. 3518-3526, 2006.
- 6 BUNSHAH, R. F. "Deposition Technologies for films and coatings – Developments and applications". Noyes Publications, Park Ridge – New Jersey, USA: 1982.
- 7 ICHIMURA, H.; ISHII, Y.; RODRIGO, A. "Hardness analysis of duplex coating". Surface and Coating Technology. v. 169. p. 735-738. 2003.
- 8 SALAS, O.; KEARNS, K.; CARRERA, S.; MOORE, J.J. "Tribological behavior of candidate coatings for Al die castings dies". Surface and Coatings Technology, v.172, p. 117-127. 2003.
- 9 SUN, Y. BELT, T. "Plasma surface engineering of low alloy steel. Materials Science and Engineering. v.240, 1991.
- 10 NAVINSEK, B.; PANJAN, P.; URANKAR, I.; CVAHTE, P.; GORENJAK, F. "Improvement of hot-working processes with PVD coatings and duplex treatment", Surface and Coating Technology, v.142, p. 1148-1154, 2001.