



DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DAS CURVAS POTENCIAL LIMITE DE NITRETAÇÃO A PLASMA DO AÇO FERRAMENTA AISI H13 NAS TEMPERATURAS DE 500°C E 550°C ¹

Wellington Azevedo Silva Junior²

André Caetano Melado³

Flávio José da Silva⁴

Adonias Ribeiro Franco Junior⁵

Resumo

No presente trabalho foi avaliada a influência da temperatura de nitretação a plasma na posição das *curvas de início de formação de camada de compostos* – conhecidas como curvas potencial limite de nitretação (PLN) - na superfície do aço AISI H13. Os tratamentos de nitretação foram realizados em um reator de nitretação a plasma pulsado nas temperaturas de 500 e 550°C em misturas de N₂ e H₂ contendo 5%, 10% e 20% N₂, por tempos variáveis de 30min a 10h. A caracterização das camadas nitretadas foi feita com auxílio de ensaios de dureza instrumentada, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios x. Observou-se que o uso de temperaturas mais altas favorece a formação de zonas de difusão mais profundas e de camada de compostos mais espessas em tempos mais curtos.

Palavras-chave: Curva potencial limite de nitretação; Nitretação a plasma; Nitretação Iônica; Difração de raios X.

EXPERIMENTAL DETERMINATION OF THE THRESHOLD POTENTIAL PLASMA NITRIDING CURVES FOR AISI H13 TOOL STEEL AT 500 AND 550°C

Abstract

In this work the influence of nitriding temperature on the position of the Threshold Potential Nitriding Curves for AISI H13 tool steel was evaluated. Plasma nitriding was carried out using a pulsed plasma nitriding reactor at temperatures of 500 and 550°C, gaseous mixtures (N₂ and H₂) containing 5%, 10% and 20% N₂, for times varying from 30 minutes to 10 hours. The characterization of the nitrided layers were made by means of instrumented hardness, scanning electron microscopy and x-ray diffraction. It was observed that the higher the nitriding temperature, the deeper the diffusion zones obtained and that thicker compound layers are obtained in shorter times of treatment.

Key words: Threshold potential nitriding curve; Plasma nitriding; Ion Nitriding; X-ray diffraction.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² Graduando em Engenharia Metalúrgica, IFES – Vitória.

³ Professor IFES-São Mateus, mestrando em engenharia metalúrgica e de materiais.

⁴ Professor adjunto, DEM- UFES, doutor em engenharia mecânica.

⁵ Professor, PROPEMM - IFES-Vitória, Doutor em Engenharia Metalúrgica.

1 INTRODUÇÃO

Os aços ferramenta são frequentemente utilizados na indústria em aplicações de corte, conformação de metais e polímeros. As solicitações mecânicas a que são submetidos esses componentes são bastante agressivas e exigem, para uma maior durabilidade e melhor desempenho, uma otimização das suas propriedades como resistência mecânica, tenacidade e resistência ao desgaste.

O desenvolvimento e aperfeiçoamento de técnicas de endurecimento superficial permite a obtenção de peças que apresentam uma boa dureza superficial e um núcleo relativamente tenaz. Essa combinação de propriedades permite que a peça apresente boa resistência ao desgaste com adequada resistência ao choque. Dentre as técnicas utilizadas destaca-se a nitretação, que confere ao material um aumento da resistência ao desgaste, à fadiga e à corrosão.⁽¹⁾

O processo de nitretação é um tratamento termoquímico no qual o endurecimento do material envolve a introdução de nitrogênio na forma atômica, por difusão, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita.⁽²⁾ O endurecimento superficial se dá por solução sólida intersticial e por precipitação de nitretos de ferro (γ -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N) e de elementos de liga presentes. Dentre os tipos de nitretação, a nitretação a plasma vem sendo cada vez mais utilizada por possuir inúmeras vantagens como: baixa temperatura e tempo de tratamento, controle e uniformidade na espessura da camada nitretada, não poluente e menor custo operacional.⁽³⁾

No processo de nitretação a plasma, usa-se uma mistura gasosa de nitrogênio e hidrogênio a baixa pressão (1 mbar a 10 mbar). O gás é ionizado devido à diferença de potencial elétrico entre o anodo (câmara) e o catodo (peça) e os íons de nitrogênio são acelerados contra a peça. A camada nitretada obtida no tratamento pode apresentar duas zonas bastante distintas, a camada branca e a zona de difusão. A camada branca aparece geralmente em tratamentos de longa duração ou com elevado potencial de nitrogênio e é muitas vezes indesejada por conferir elevada fragilidade à superfície. A zona de difusão é composta da matriz do metal base enriquecida com nitrogênio dissolvido e com nitretos de ferro e de elementos de liga. Busca-se então a obtenção de camadas nitretadas que não contenham camada branca e, para isso deve-se, escolher condições específicas de tratamento. A dificuldade de se planejar um tratamento de nitretação a plasma está no fato de que os modelos matemáticos propostos apresentam limitações quanto ao material e às condições de tratamento utilizadas.

A microestrutura das camadas nitretadas pode ser prevista através das chamadas curvas Potencial Limite de Nitretação (curva PLN). Essas curvas são obtidas empiricamente e relacionam a microestrutura da camada nitretada com a temperatura e o potencial de nitrogênio. Os pontos localizados em regiões acima da curva representam condições de tratamento que proporcionam a formação de camada branca, e os localizados abaixo representam condições que produzem uma camada nitretada livre de camada branca. Isso pode ser obtido pelo uso de misturas gasosas (N₂ + H₂) constituídas predominantemente por H₂. Nesta condição, a cinética do processo é controlada apenas pela difusão intersticial dos átomos de nitrogênio e precipitação de nitretos de elementos de liga, se presentes.⁽⁴⁾

Os objetivos desse trabalho são a caracterização microestrutural das camadas nitretadas obtidas e a construção da curva PLN para o aço ferramenta AISI H13, temperado e revenido, nitretado nas temperaturas de 500°C e 550°C com potenciais de nitrogênio variando de 5% a 20% e por tempos que variam de 30 min a 10h.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço AISI H13, cedido pela empresa Villares Metals S.A. no formato de barras cilíndricas com 28,5 mm de diâmetro veio no estado recozido, apresentando a seguinte composição química:

Tabela 1: Composição química do aço

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Mo	V
% massa	0,42	0,46	1,03	5,22	1,28	0,82

As amostras foram retificadas para obter uma espessura final de 4 mm, austenitizadas a 1.020°C por 30 min e temperadas em óleo e passaram por um duplo revenido a 600°C por 2 h.

O tratamento de nitretação a plasma foi realizado em reator de plasma pulsado modelo ThorNP, composto por uma câmara cilíndrica de 50 cm de diâmetro por 70 cm de altura feita de aço inoxidável AISI 304 L. O equipamento é dotado de um sistema de vácuo, sistema de alimentação de gases com dosadores de alta precisão e uma fonte de alta tensão de 4KHz, além de termopar para controle de temperatura e medidor de pressão.

Os tratamentos foram realizados em temperaturas de 500°C e 550°C com potenciais de nitrogênio variando de 5, 10 e 20% por tempos que variaram de 0,5 h, 1 h, 3 h, 6 h e 10h.

A caracterização microestrutural foi realizada por ensaios de dureza instrumentada, microscopia eletrônica de varredura e por difração de raios X.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra a microestrutura do material antes do tratamento de nitretação a plasma. Em (a) observa-se a microestrutura recozida, constituída de ferrita com carbonetos globulares dispersos; nessa condição o material apresentava dureza de 207HB. Em (b) observa-se a microestrutura após tratamento térmico de têmpera e duplo-revenimento, constituída de martensita revenida; a dureza de 48HRC.

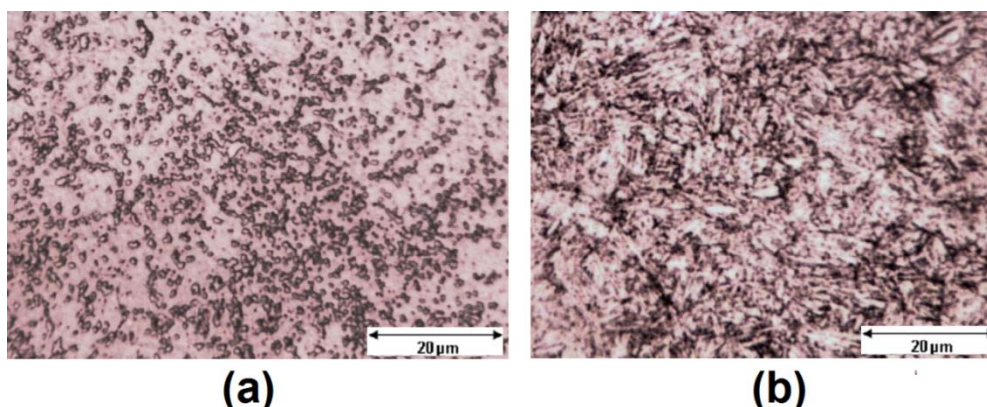


Figura 1: Microestrutura do aço ferramenta AISI H13 no estado (a) Recozido; (b) Temperado e revenido.

3.1 Nitretação a 500°C

3.1.1 Camadas nitretadas obtidas em atmosfera contendo 5% de N₂

Não foi observada a formação de camada branca em amostras nitretadas com 5% de N₂ para nenhum tempo de tratamento. A microestrutura é composta basicamente de martensita revenida com nitrogênio em solução sólida e de precipitados de CrN dispersos na matriz. A Figura 2 mostra a micrografia da camada nitretada por 10 horas, obtida através de microscopia eletrônica de varredura. Já a Figura 3 mostra os resultados de difração de raios-x das camadas nitretadas em função do tempo.

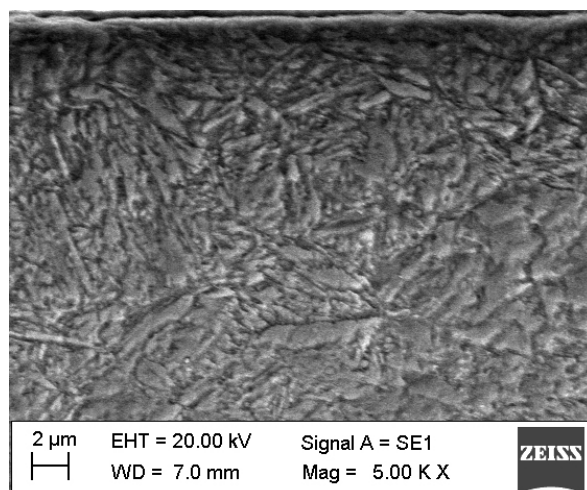


Figura 2: Microestrutura da camada nitretada obtida em tratamento de 10 h em atmosfera contendo 5% de N₂ na temperatura de 500°C.

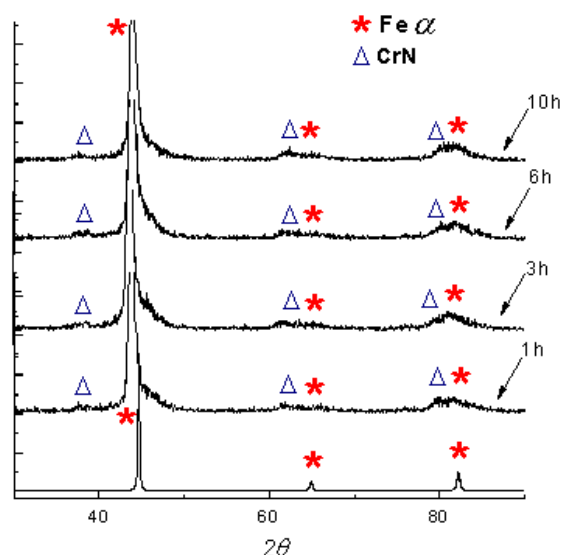


Figura 3: Difratogramas de raios-x das camadas nitretadas em atmosfera contendo 5% de N₂.

3.1.2 Camadas nitretadas obtidas em atmosfera contendo 10% de N₂

Não foi observada a formação de camada branca nas amostras nitretadas em atmosfera contendo 10% de N₂. As camadas nitretadas apresentaram microestrutura composta apenas pela zona de difusão, que possui microestrutura composta de martensita revenida e precipitados de CrN, como pode ser verificado na Figura 4.

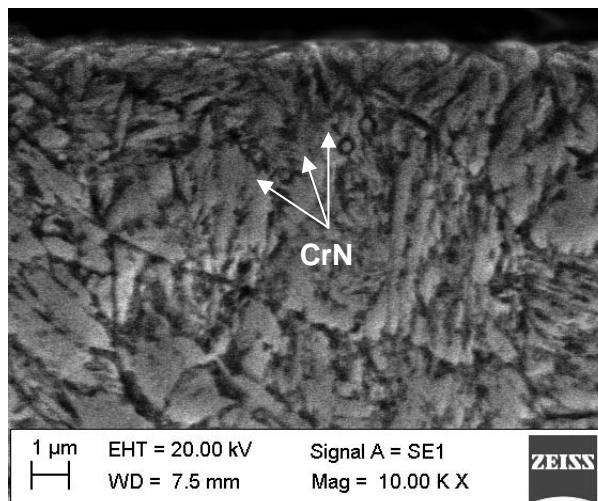


Figura 4: Microestrutura da camada nitretada obtida em tratamento de 6 h em atmosfera contendo 10% de N_2 na temperatura de 500°C.

3.1.3. Camadas nitretadas obtidas em atmosfera contendo 20% de N_2

O elevado potencial de nitrogênio usado nesta condição proporcionou a formação de camada branca nos tratamentos de 3h e 6h. A Figura 5 mostra as camadas nitretadas obtidas após 3 horas (Figura 5.a) e por 6 horas (Figura 5.b). Pode-se verificar a formação de camada branca nessas duas condições, sendo que a camada branca obtida no tratamento de 6 horas é ligeiramente mais espessa.

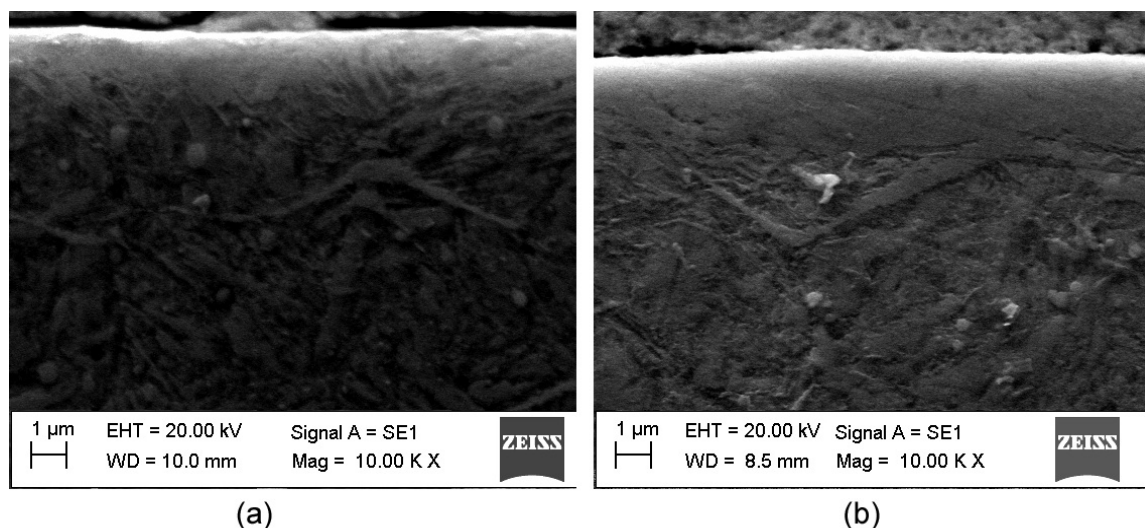


Figura 5: Microestrutura das camadas nitretadas obtida em atmosfera contendo 20% de N_2 por (a) 3 horas e (b) 6 horas.

3.2 Nitretação a 550°C

3.2.1 Camadas nitretadas obtidas em atmosfera contendo 5% de N_2

Nessa condição, foi verificada a formação de camada branca somente após 10h de tratamento. A microestrutura da camada obtida nessa condição de tratamento pode ser observada na Figura 6.

O baixo potencial de nitrogênio diminui a taxa de entrada de nitrogênio atômico pela superfície do material, e torna o tempo necessário para a formação de camada branca maior.

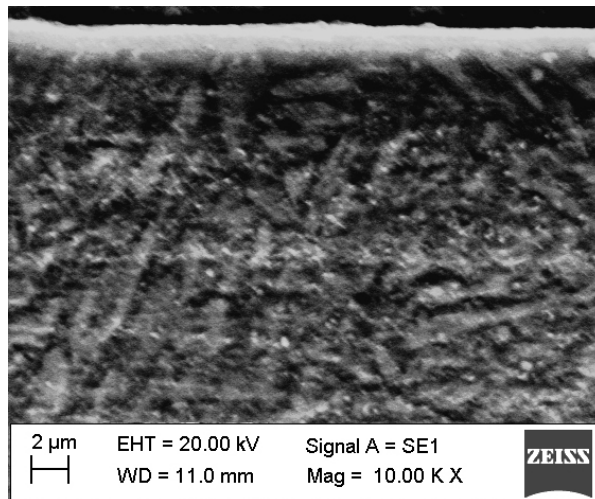


Figura 6: Microestrutura da camada nitretada obtida em tratamento de 10 h em atmosfera contendo 5% de N₂ na temperatura de 550°C.

3.2.2 Camadas nitretadas obtidas em atmosfera contendo 10% de N₂

A camada nitretada por 6 h apresentou camada branca, como pode ser verificado na Figura 7.

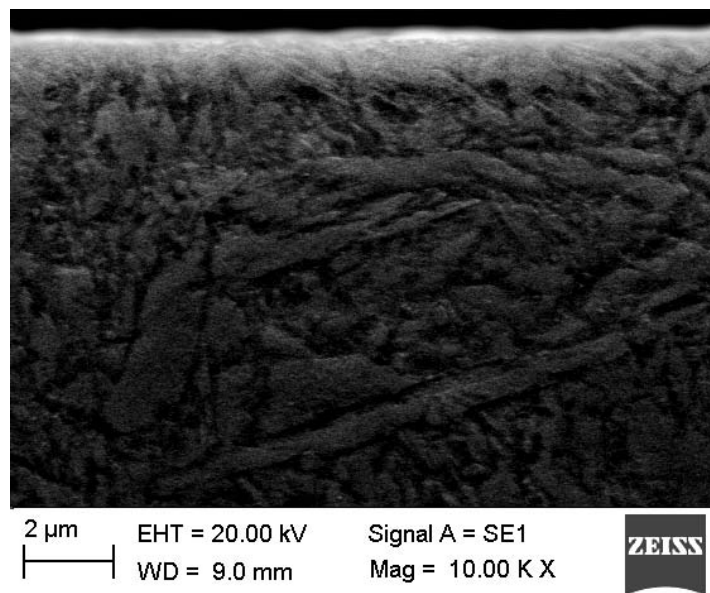


Figura 7: Microestrutura da camada nitretada obtida em tratamento de 6 h em atmosfera contendo 10% de N₂ na temperatura de 550°C.

O aumento da temperatura de tratamento favoreceu a formação de camada branca no tratamento realizado em atmosfera contendo 10% de N₂. Este fato está associado à difusividade das espécies presentes. Para baixas temperaturas a mobilidade atômica é reduzida e, como consequência, são necessários tempos maiores para a nucleação e crescimento de precipitados.⁽⁵⁻⁷⁾

Temperaturas mais elevadas favorecem o aumento da densidade de espécimes excitados no plasma, em especial o N²⁺, que por sua vez favorecem o aumento da taxa de entrada de nitrogênio através da superfície.⁽⁸⁾

3.2.3. Camadas Nitretadas obtidas em atmosfera contendo 20% de N₂

As camadas nitretadas obtidas em atmosfera contendo 20% de N₂ apresentaram camada branca. O aumento do tempo de tratamento favoreceu a formação de uma camada branca mais espessa e densa, como pode ser verificado na Figura 8a, que mostra a camada branca obtida em tratamento de 1h e Figura 8.b, que mostra a camada branca obtida em tratamento de 6h.

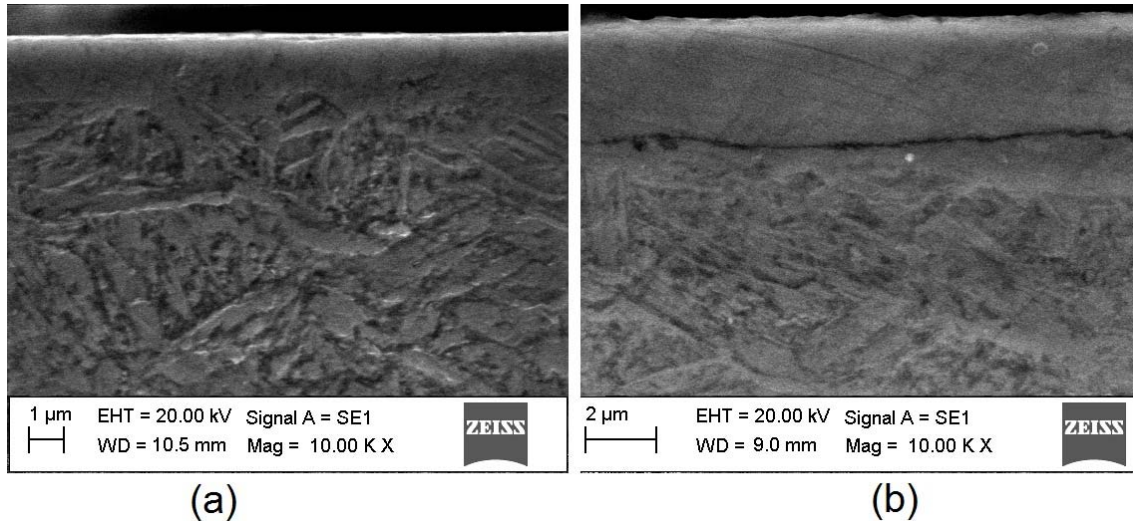


Figura 8: Microestrutura da camada nitretada obtida no tratamento de (a) 1h e (b) 6h na temperatura de 550°C.

3.3 Curvas PLN

Com os resultados da difração de raios X juntamente com as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura foi possível construir as curvas PLN para o aço ferramenta AISI H13. A Figura 9 mostra as curvas PLN obtidas para o aço AISI H13 nitretado nas temperaturas de 500°C (Figura 9.a) e 550°C (Figura 9.b).

A partir destas curvas foi possível identificar quais tratamentos produzem ou não camada branca. Os pontos localizados acima da curva representam condições que favorecem a formação de camada branca, pontos abaixo da curva representam condições em que a camada nitretada obtida é isenta de camada branca.

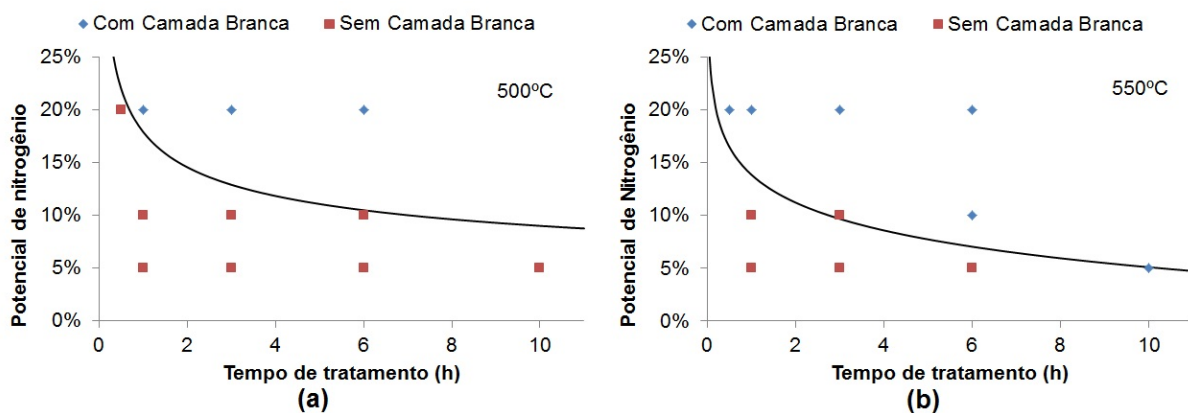


Figura 9: Curvas PLN para o aço nas temperaturas utilizadas. (a) 500°C e (b) 550°C.

A Figura 10 mostra a sobreposição das curvas PLN obtidas neste trabalho. Pode-se verificar que o aumento da temperatura desloca a curva para baixo, favorecendo o

surgimento de camada branca. Da análise das curvas pode-se concluir que para um determinado potencial de nitrogênio, é necessário menor tempo de tratamento para que haja formação de camada branca.

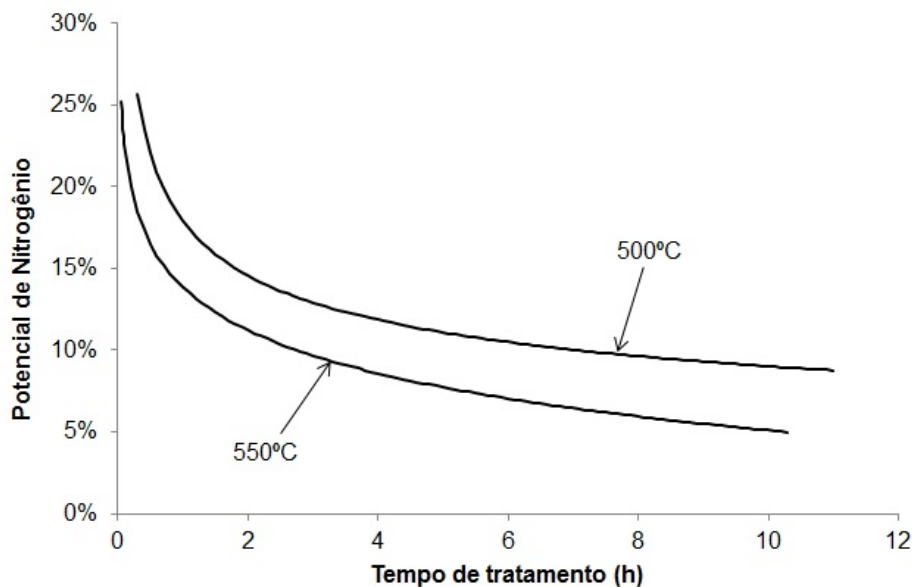


Figura 10: Curvas PLN sobrepostas. Pode-se observar que o aumento da temperatura de tratamento desloca a curva para baixo.

4 CONCLUSÕES

O aumento da temperatura de tratamento favorece a formação de camada branca, isso pode ser verificado pelo abaixamento da curva PLN com o aumento da temperatura.

Baixas temperaturas desfavorecem a formação de camada branca devido à diminuição da mobilidade atômica e baixas taxas de entrada de nitrogênio atômico pela superfície do material devido à baixa densidade de espécimes excitados no plasma quando comparado a tratamentos a temperaturas mais elevadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPES pelo apoio financeiro e a Villares Metals S.A. por fornecer o material a ser estudado.

REFERÊNCIAS

- 2 DAVIS, J. R. Surface Hardening of Steels: understanding the basics. **ASM International**, Ohio, USA, p. 141-194, 2002.
- 3 LAMPMAN, S. Introduction to Surface Hardening of Steels. **ASM Handbook: Heat Treating**, Utah, International Library Service, v. 4, p. 259-267, 1991.
- 4 O'BRIEN, J. M.; GOODMAN, D. Plasma (Ion) Nitriding. **ASM Handbook: Heat Treating**, Utah, International Library Service, v. 4, p. 420-424, 1991.
- 5 FRANCO JR, A. R.; PINEDO, C. E.; TCHIPITSCHIN, A. P. **Influência do Tratamento de Nitretação a Plasma no Desempenho de Superfícies Dúplex Revestidas com TiN Parte 1 – Influência na Resistência ao Desgaste**. 3º Encontro da Cadeia de Ferramentas Moldes e Matrizes. São Paulo - Sede da ABM: (s.n.). 2005.



- 6 MIOLA, E. J.; SOUZA, S. D. D.; OLZON-DIONYSIO, M. Systematic study on influence of the nitriding parameters on pure iron superficial layer properties. **Surface and Coatings Technology**, v. 167, p. 33-40, 2003.
- 7 LAWALL, I. T.; MUZART, J.; SOUZA, A. R. Otimização dos parâmetros de processo na nitretação iônica do aço ABNT 4340. **48º Congresso Anual da ABM**, Rio de Janeiro, 1993.
- 8 SUN, Y.; BELL, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 140, p. 419-434, 1991.
- 9 BUNG-YONG JEONG; MYUNG-HO KIM. Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels. **Surface and Coatings Technology**, 18 Junho 2001. 182-186.