



# INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE NITRETAÇÃO A PLASMA NA RESISTÊNCIA AO DESGASTE MICROABRASIVO DO AÇO FERRAMENTA AISI H13<sup>1</sup>

André Caetano Melado<sup>2</sup>  
Wellington Azevedo Silva Júnior<sup>3</sup>  
Flávio José da Silva<sup>4</sup>  
Adonias Ribeiro Franco Júnior<sup>5</sup>

## Resumo

Neste trabalho foi avaliada a influência da temperatura de nitretação a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI H13. O tratamento termoquímico de nitretação a plasma foi realizado nas temperaturas 500 e 550°C, com misturas gasosas de 20% de N<sub>2</sub> e 80% de H<sub>2</sub>, por tempos variáveis de 30 minutos a 6 horas. Foram utilizadas as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaio instrumentado de dureza e difração de raios-x para a caracterização das camadas nitretadas. A resistência ao desgaste abrasivo do material nitretado sob as diferentes condições foi avaliada por ensaio de desgaste microabrasivo do tipo esfera livre. Observou-se que as camadas nitretadas obtidas em tempos mais longos apresentam uma maior resistência ao desgaste microabrasivo devido à formação de zonas de difusão mais espessas. Verificou-se que temperaturas mais altas favorecem a formação de camada branca na superfície do material nitretado. As camadas nitretadas contendo em sua estrutura camada branca apresentaram menor resistência ao desgaste microabrasivo do que as camadas nitretadas isentas.

**Palavras-chave:** Nitretação a plasma; Desgaste microabrasivo; Aço ferramenta AISI H13.

## INFLUENCE OF THE PLASMA NITRIDING TEMPERATURE ON MICROABRASIVE WEAR RESISTENCE OF AN AISI H13 TOOL STEEL

### Abstract

This paper reports the influence of plasma nitriding temperature on the microabrasive wear resistance of plasma nitrided AISI H13 tool steel. The samples were nitrided at 500 and 550°C using 20% N<sub>2</sub> e 80% H<sub>2</sub> containing gas mixtures. The nitriding time was varied from 30 minutes to 6 hours. Scanning electron microscopy (SEM), hardness testing and x-ray diffraction were used to characterize the nitrided layers. Microabrasive wear tests, type ball free, were used for evaluating the influence of the microstructure of the nitrided layers on abrasive wear resistance. It was observed that the samples nitrided with longer times had a higher microabrasive wear resistance, due to formation of diffusion zones thicker. It was found that the , increasing temperature leads to the formation both of grain boundary precipitates and white layer on surface of the nitrided layer, decreasing the microabrasive wear resistance.

**Key words:** Plasma nitriding; Microabrasive wear; AISI H13 tool steel.

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

<sup>2</sup> Mestrando em Engenharia Metalúrgica e de Materiais - IFES .

<sup>3</sup> Graduando em Engenharia Metalúrgica - IFES

<sup>4</sup> Professor Doutor em Engenharia Mecânica - UFES.

<sup>5</sup> Professor Doutor em Engenharia Metalúrgica - IFES.

## 1 INTRODUÇÃO

A ação do desgaste tem sido um dos principais fatores de fim de vida de diferentes componentes dentro dos mais diversos segmentos industriais, principalmente na indústria metal-mecânica. A nitretação a plasma é um dos mais efetivos métodos de aumento das resistências ao desgaste, à fadiga térmica e à corrosão de superfícies metálicas. O endurecimento superficial se dá por solução sólida intersticial e por precipitação. Esse tratamento termoquímico apresenta inúmeras vantagens em relação aos processos convencionais, tais como: baixa temperatura e tempo de tratamento, controle e uniformidade da espessura da camada nitretada, não poluente e menor custo operacional.<sup>(1)</sup>

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.<sup>(2)</sup> A presença de hidrogênio no plasma atua na remoção de óxidos presentes na superfície da amostra, e também provoca um aumento da população de espécies excitadas no plasma, aumentando o suprimento de nitrogênio atômico.<sup>(3,4)</sup>

A nitretação é um processo difusivo, assim, a morfologia da camada nitretada depende do tempo e da temperatura de tratamento. Estudo de Castro, Fernández e Cid<sup>(5)</sup> mostra um aumento da espessura da camada nitretada (zona de difusão) com o aumento do tempo de tratamento. Para tempos mais longos, há o surgimento de uma camada dura e frágil de nitretos ( $\text{Fe}_4\text{N}-\gamma'$  e  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}-\epsilon$ ) na superfície das amostras, conhecida como camada branca.

Vários estudos<sup>(6-8)</sup> mostraram que o aumento da temperatura de nitretação favorece a formação e o aumento na espessura da camada branca. Além desse fato, Tier et al.<sup>(9)</sup> observaram na camada nitretada um significativo aumento de precipitados em contornos de grãos da austenita prévia com a elevação da temperatura de tratamento.

O presente trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI H13 nitretado com um potencial de  $\text{N}_2$ , na mistura gasosa, de 20%, por diferentes tempos, variando a temperatura de tratamento de 500°C a 550°C.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

O aço ferramenta AISI H13 foi fornecido pela empresa *Villares Metals S.A.* na forma de barras cilíndricas com 28,5 mm de diâmetro e no estado recozido, com a composição química apresentada na Tabela 1. As amostras foram retificadas obtendo uma espessura final de, aproximadamente, 4,0 mm. Essas amostras foram austenitizadas a 1.020°C por 30 minutos e temperadas em óleo, e em seguida passaram por um duplo revenimento a 600°C por 2 horas.

**Tabela 1** - Composição química (% em massa) do aço AISI H13

C	Mn	Si	Cr	Mo	V	W	Al	Ni	Co	Nb	Cu
0,42	0,46	1,03	5,22	1,28	0,82	0,05	0,03	0,44	0,03	0,02	0,05

O tratamento termoquímico de nitretação foi realizada em um reator de nitretação a plasma pulsado constituído de uma câmara cilíndrica (70 cm de altura por 50 cm de

diâmetro) de aço inoxidável AISI 304L, sistema de vácuo, sistema de alimentação para os gases utilizados no tratamento, dois eletrodos (sendo as paredes da câmara o anodo e o porta amostra o catodo - disco de 22 cm de diâmetro por 5 mm de espessura), fonte de alta tensão (alimentação elétrica), frequência de 4 KHz, além de um termopar, para medir a temperatura, e um medidor de pressão.

As amostras foram tratadas em uma atmosfera de nitrogênio (N<sub>2</sub>) e hidrogênio (H<sub>2</sub>) fixados em 20% e 80%, respectivamente. A temperatura de nitretação variou de 500 e 550°C, por tempos de 30 minutos, 1 hora, 3 horas e 6 horas.

Para os testes de desgaste microabrasivo foi utilizado um equipamento de microabrasão do tipo “esfera livre”, da marca *CSM Instruments*. O coeficiente de desgaste (K) foi calculado usando a equação de Archard:<sup>(10)</sup>

$$K = \frac{V}{L.F_N} = \frac{\pi.b^4}{32\phi.L.F_N} \quad (1)$$

onde **V** representa o volume desgastado,  $\phi$  é o diâmetro da esfera de ensaio, **L** é a distância deslizada, **F<sub>N</sub>** é a força normal aplicada (neste tipo de ensaio é ajustada pelo peso da esfera e a inclinação da amostra) e “**b**” representa o diâmetro da calota de desgaste.

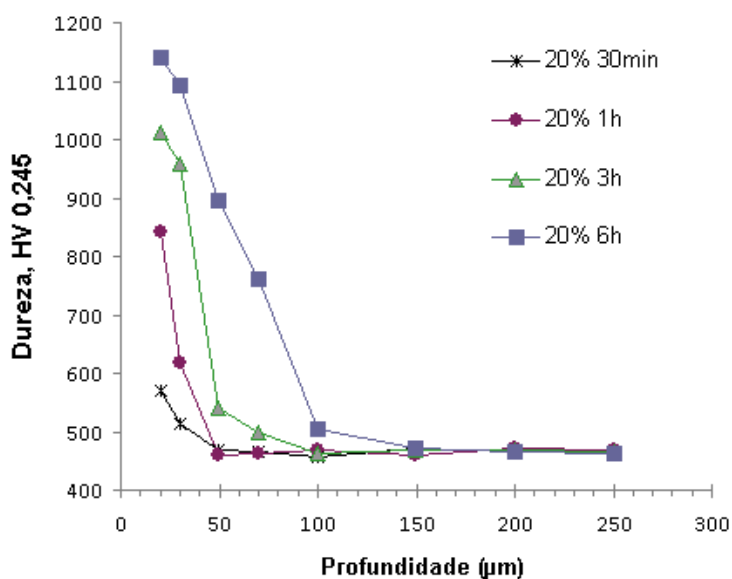
A esfera utilizada no ensaio possui um diâmetro de 25,4 mm. O abrasivo usado foi uma lama SiC de concentração de 0,75 g/cm<sup>3</sup> com uma vazão de uma gota a cada três segundos. A carga aplicada foi de 0,27N.

Foi utilizada microscopia eletrônica de varredura para a análise da microestrutura da camada nitretada e difração por raios-x para determinar as fases presentes na camada branca.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

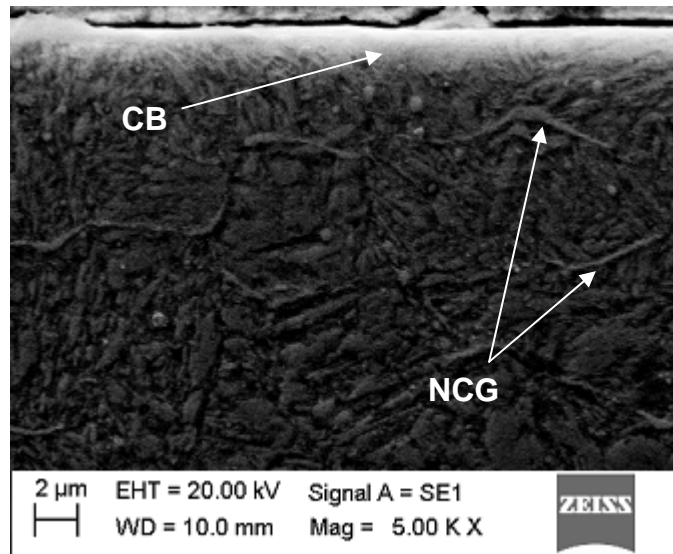
#### 3.1 Tratamento na Temperatura de 500°C

A Figura 1 mostra o perfil de dureza das camadas nitretadas a 500°C, com uma mistura gasosa contendo 20% de N<sub>2</sub>, por diferentes tempos.



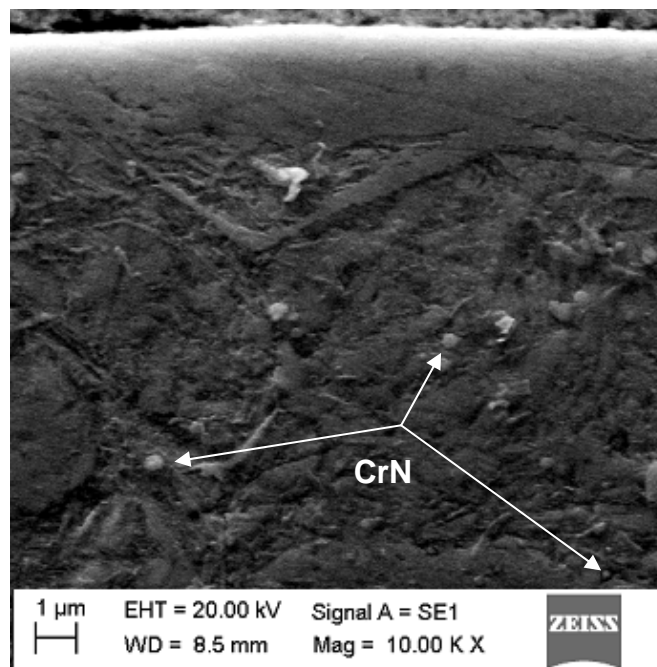
**Figura 1.** Perfil de dureza das camadas nitretadas a 500°C, com 20% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa, por diferentes tempos.

Para a nitretação do aço AISI H13 a 500°C, com 20% de N<sub>2</sub>, a partir de três horas de tratamento, observa-se a presença da camada branca (CB) e de precipitados em contornos de grãos da austenita prévia, como representado na Figura 2.



**Figura 2.** Microestrutura da camada nitretada a 500°C com 20% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa por três horas.

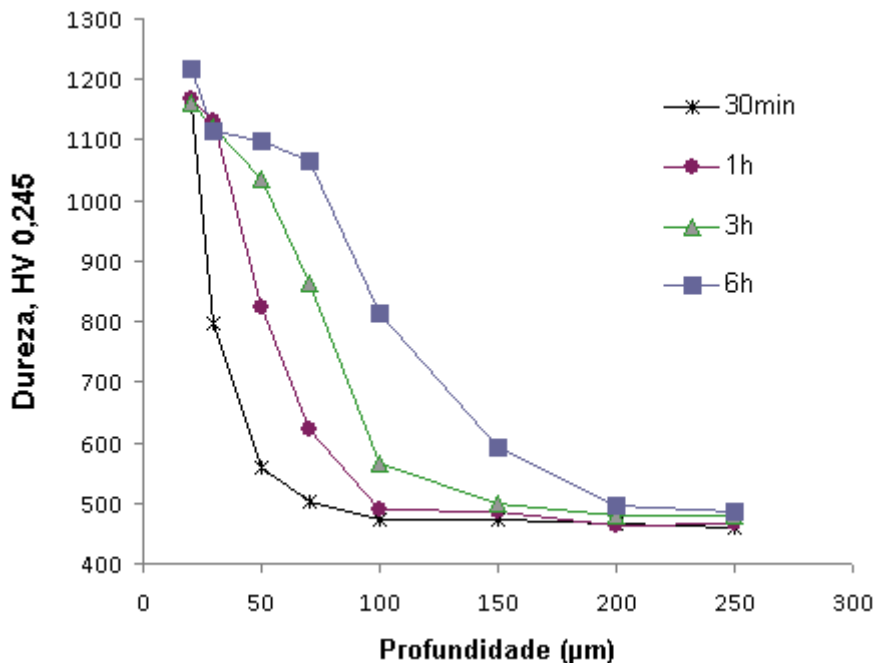
Com um tempo de tratamento de seis horas, já se observa uma camada branca mais espessa e, além de precipitados nos contornos de grãos, nota-se o engrossamento dos precipitados de CrN, como pode ser visto na Figura 3.



**Figura 3.** Microestrutura da camada nitretada a 500°C com 20% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa por seis horas.

### 3.2 Tratamento na temperatura de 550°C

A Figura 4 mostra o perfil de dureza das camadas nitretadas a 550°C, com uma mistura gasosa contendo 20% de N<sub>2</sub>, por diferentes tempos.

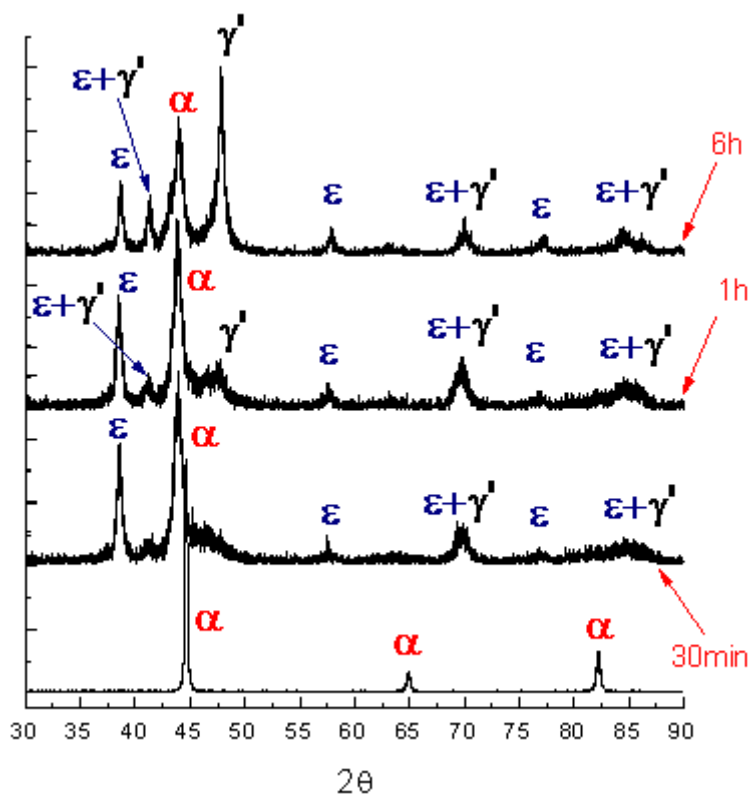


**Figura 4.** Perfil de dureza das camadas nitretadas a 550°C, com 20% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa, por diferentes tempos.

Observa-se que com o aumento da temperatura houve um aumento da espessura da zona de difusão. Isto está coerente com demais trabalhos<sup>(4,11)</sup> que mostram que em maiores temperaturas, maior é o coeficiente de difusão do nitrogênio atômico na matriz ferrítica.

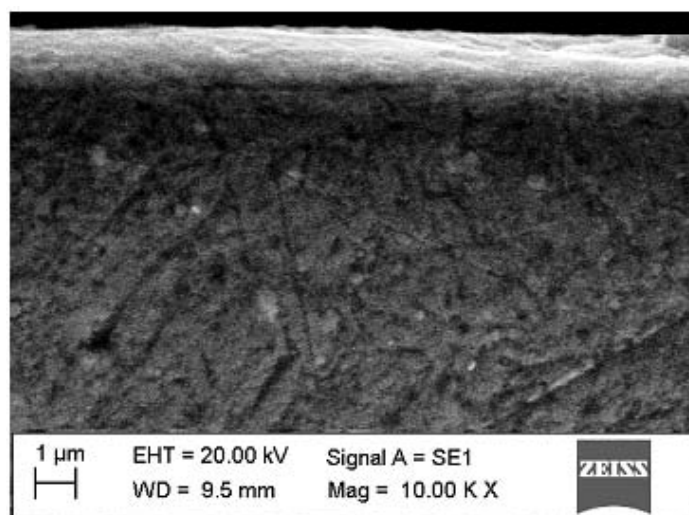
É mostrado na Figura 5 o resultado das análises de difração de raios-x das camadas nitretadas a 550°C por tempos variando de 30 minutos a 6 horas. Observa-se já com um tempo de 30 minutos de tratamento a presença das fases  $\gamma'$  - Fe<sub>4</sub>N e  $\epsilon$  - Fe<sub>2-3</sub>N, caracterizando a existência de uma camada de compostos (camada branca) superficial.

A formação da camada branca foi favorecida com o aumento da temperatura de nitretação. Este fato também foi observado por mais pesquisadores<sup>(6-8,11)</sup> (Erro! Indicador não definido.) (Erro! Indicador não definido.) (Erro! Indicador não definido.) e está associado à difusividade das espécies presentes. Quando a temperatura é muito baixa, a mobilidade atômica é reduzida e, como consequência, aumenta o tempo necessário para a nucleação e crescimento de precipitados. Além disso, Jeong e Kim<sup>(12)</sup> observaram que com o aumento da temperatura de tratamento, aumenta a quantidade de espécies ativas de nitrogênio no plasma, em especial o N<sub>2</sub><sup>+</sup>.

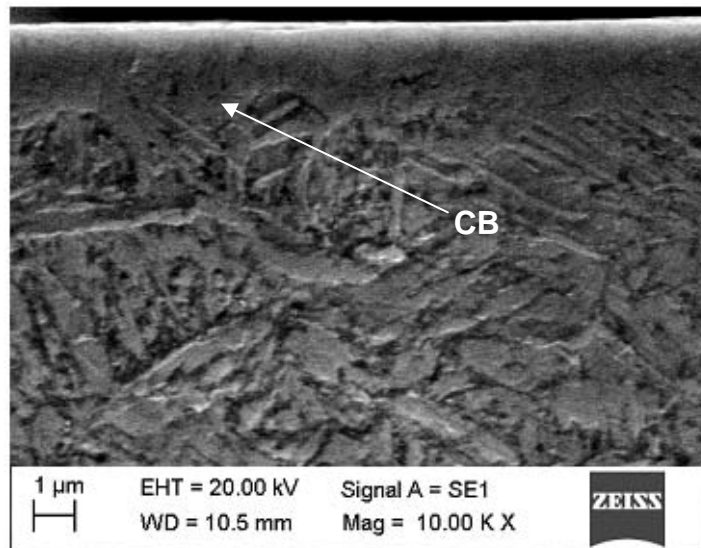


**Figura 5.** Difratograma de raios-x das camadas nitretadas com 20% de  $N_2$  na mistura gasosa, numa temperatura de 550°C e por tempos variando de 30 minutos, 1 hora e 3 horas.

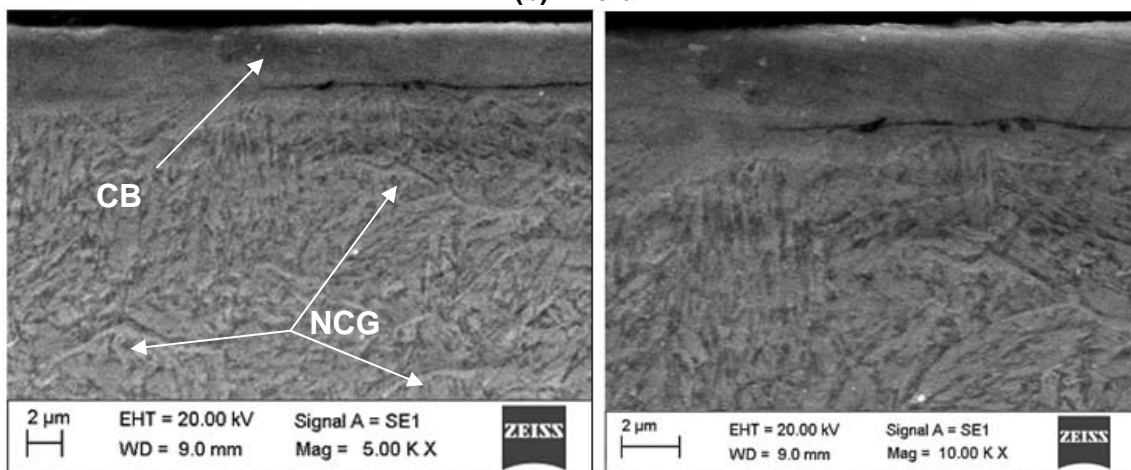
A Figura 6 mostra, através de microscopia eletrônica, a evolução da microestrutura das camadas nitretadas na temperatura de 550°C, com 20% de  $N_2$  por diferentes tempos. Com apenas 30 minutos de tratamento já é possível observar a presença de uma fina camada branca. Já com 6 horas de tratamento, a camada branca se apresenta bastante espessa. Também é possível observar trincas na interface camada branca/zona de difusão, tornando a camada nitretada mais frágil.



(a) 30 minutos



(b) 1 hora

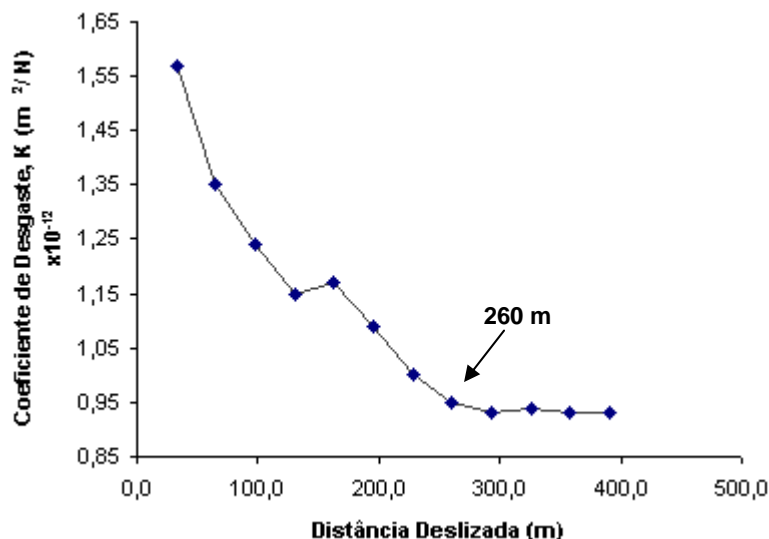


(c) 6 horas

**Figura 6.** Evolução da microestrutura das camadas nitretadas em função do tempo de nitretação. Tratamento realizado a 550°C com 20% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa.

### 3.3 Ensaio de Desgaste Microabrasivo

A Figura 7 representa a curva do coeficiente de desgaste em função da distância deslizada para o ensaio de desgaste microabrasivo da amostra do aço ferramenta AISI H13 temperada e revenida. Observa-se que o coeficiente de desgaste microabrasivo tende a estabilizar somente após uma distância percorrida, *running-in*, de aproximadamente 260 m (40 minutos) de ensaio. A amostra temperada e revenida apresentou um coeficiente de desgaste microabrasivo de aproximadamente  $0,93 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{N}$ .



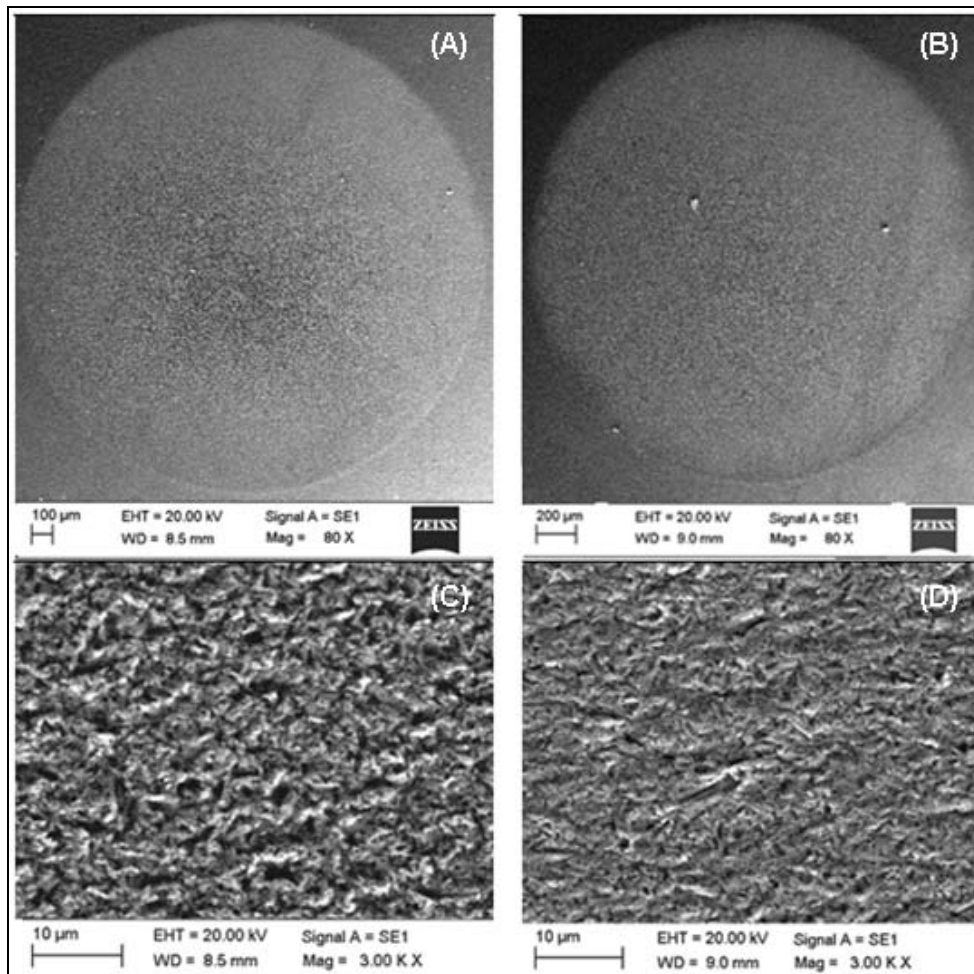
**Figura 7** – Coeficiente de desgaste microabrasivo em função da distância deslizada para o aço ferramenta AISI H13 temperado e revenido.

As Figuras 8(a) e 8(b) mostram as crateras de desgaste das amostras nitretadas a 500°C por 30 minutos (sem camada branca) e a 550°C por 6 horas (com camada branca), respectivamente, após 1 hora de ensaio.

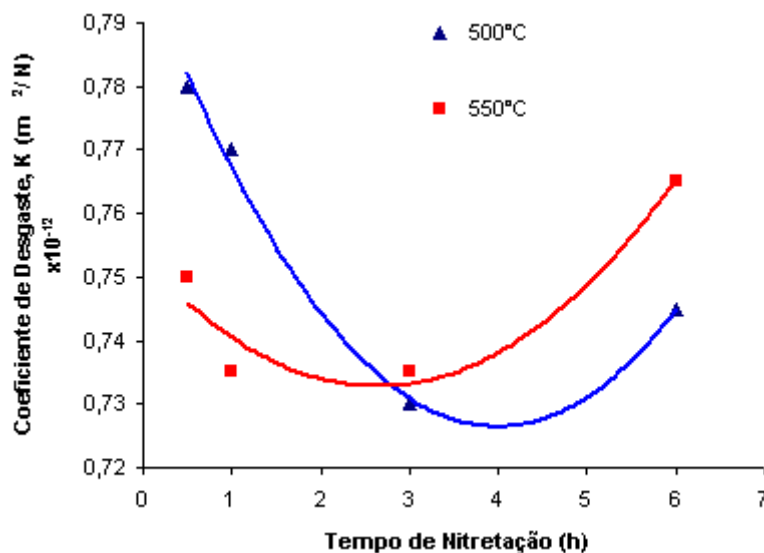
Em ambos os casos, prevaleceu o mecanismo de desgaste abrasivo por rolamento, como pode ser visto nas Figuras 8(c) e 8(d), que é caracterizado pela presença de uma grande quantidade de indentações. Neste tipo de desgaste não fica evidenciada a direção do desgaste.<sup>(13)</sup>

A figura 9 mostra os resultados dos ensaios de desgaste microabrasivo das camadas nitretadas com a variação da temperatura de 500°C a 550°C. Observa-se que as camadas nitretadas a 550°C com tempos de tratamento inferiores a 3 horas, apresentaram um menor coeficiente de desgaste microabrasivo do que as camadas nitretadas a 500°C com o mesmo tempo. Já para tempos de tratamento acima de 3 horas, as camadas nitretadas a 550°C apresentaram um maior coeficiente de desgaste microabrasivo do que as camadas nitretadas a 500°C.





**Figura 8.** Superfície de desgaste do aço ferramenta AISI H13 nitretado a 500°C por 30 minutos (a) e (c), e a 550°C por 6 horas (b) e (d).



**Figura 9.** Ensaio de desgaste microabrasivo das camadas nitretadas a 500 e 550°C, com 20% de N<sub>2</sub> na mistura gasosa, e por tempos variando de 30 minutos a 6 horas.

As camadas nitretadas a 550°C com tempos inferiores a 3 horas apresentaram uma maior espessura de zona de difusão (Figura 1) do que as camadas nitretadas a



500°C (Figura 4), isso explica o menor coeficiente de desgaste apresentado pela camada nitretada a 550°C. Porém, com tempos superiores a três horas de tratamento, observou-se, nas camadas nitretadas a 550°C, uma camada branca mais espessa, além de trincas na interface camada branca/zona de difusão (figura 6(c)), isso explicaria o maior coeficiente de desgaste apresentado pela camada nitretada nessas condições. Além da presença da camada branca, outro fator bastante relevante que explicaria a fragilidade da camada nitretada em temperaturas mais altas é a presença de precipitados nos contornos de grãos da austenita prévia. Em seu trabalho, Tier et al. (Erro! Indicador não definido.) verificou que a presença de precipitados nos contornos de grãos causa perda de tenacidade da camada nitretada, e que com o aumento da temperatura de nitretação, maior é essa precipitação.

#### 4 CONCLUSÃO

As camadas nitretadas na temperatura de 550°C apresentaram uma maior espessura de zona de difusão do que as camadas nitretadas a 500°C. O aumento da temperatura de nitretação também favoreceu a formação da camada branca.

As camadas nitretadas a 550°C por tempos superiores a 3 horas apresentaram um maior coeficiente de desgaste microabrasivo do que as camadas nitretadas a 500°C.

#### Agradecimentos

À FACITEC - Fundo de Apoio à Ciência e Tecnologia do Município de Vitória - pelo apoio financeiro

#### REFERÊNCIAS

- 1 O'BRIEN, J.M.; GOODMAN, D. Plasma (Ion) Nitriding. In: ASM International Handbook Committee, **ASM Handbook: Heat Treating**, vol. 4, Utah, International Library Service, pp. 420-424, 1991.
- 2 PINEDO, C.E. Fundamentos da nitretação sob plasma para o tratamento superficial de aços e ligas especiais. **II Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico**. Atibaia, São Paulo, 2004.
- 3 FIGUEROA, C.A.; WISNIVESKY, D.; ALVAREZ, F. Effect of hydrogen and oxygen on stainless steel Nitriding. **Journal applied Physics**, vol. 92, pp. 764-770, 2002.
- 4 ZAGONEL, L.F. Tratamentos de superfícies de uma liga ferrosa por íons de nitrogênio. **Tese de Doutorado**. Instituto de Física "Gleb Wataghin". Campinas, SP, 2006.
- 5 CASTRO, G; FERNÁNDEZ, A.V; CID, J. Influence of the nitriding time in the wear behaviour of an AISI H13 steel during a crankshaft forging process. **Wear**, v. 263, pp. 1375-1385, 2007.
- 6 MIOLA, E.J; SOUZA, S.D. de; OLZON-DIONYSIO, M. Systematic study on influence of the nitriding parameters on pure iron superficial layer properties. **Surface and Coatings Technology**, v167, p.33-40, 2003.
- 7 SUN, Y., BELL, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. **Materials Science and Engineering A**. v140, p419-434, 1991.
- 8 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.
- 9 TIER M.A; SANTOS, A.V; KUHNEN, C.A; BELL, T., STROHAECKER, T. A study about grain boundary precipitation after plasma nitriding of steel. **Surface Modification Technologies**, p.225-231, 2002.



- 10 GEE, M.G; GANT, A; HUTCHINGS, I; BETHKE, R; SCHIFFMAN, K; Van ACKER, K; POULAT, S; GACHON, Y; von STEBUT, J. Progress towards standardisation of ball cratering. **Wear**, v. 255, pp. 1-13, 2003.
- 11 REIS, R.F; GARCIA, T.I; MALISKA, A.M; BORGES, P.C. Nitretação por plasma em temperaturas elevadas: características da camada nitretada. **17° CBECiMat**, Foz do Iguaçu, PR, 2006.
- 12 JEONG, B-Y; KIM, M-H; Effects of the process parameters on the layer formation behavior of plasma nitrided steels. **Surface and Coatings Technology**, v142, p182-186, 2001.
- 13 TREZONA, R.I.; ALLSOPP, D.N.; HUTCHINGS, I.M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. **Wear**, v.225-229, pp. 205-214, 1999.